



SKRIPSI

**PENGARUH PENAMBAHAN
MONTMORILLONITE PADA SIFAT
KETAHANAN TERMAL POLIVINIL ASETAT**

M. IZZUDDIN JUNDULLAH H.
NRP 1412100050

Dosen Pembimbing
Lukman Atmaja, Ph. D.

**JURUSAN KIMIA
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2016**



SCRIPT

**EFFECT OF *MONTMORILLONITE*
ADDITION ON THE THERMAL
RESISTANCE PROPERTIES OF
POLYVINYL ACETATE**

M. IZZUDDIN JUNDULLAH H.
NRP 1412100050

Advisor Lecturer
Lukman Atmaja, Ph. D.

**CHEMISTRY DEPARTMENT
Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Sepuluh Nopember Institute of Technology
Surabaya
2016**

LEMBAR PENGESAHAN

SKRIPSI

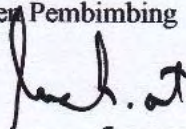
PENGARUH PENAMBAHAN MONTMORILLONITE PADA SIFAT KETAHANAN TERMAL POLIVINIL ASETAT

Disusun Oleh :

M. IZZUDDIN JUNDULLAH H.
NRP 1412100050

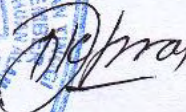
Surabaya, 28 Januari 2016

Menyetujui,
Dosen Pembimbing



Lukman Atmaja, Ph. D.
NIP. 19610816 198903 1 001

Mengetahui :
Ketua Jurusan Kimia



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, MSc.
NIP. 19710616 199703 1 002



**PENGARUH PENAMBAHAN
MONTMORILLONITE PADA SIFAT
KETAHANAN TERMAL POLIVINIL ASETAT**

SKRIPSI

Disusun sebagai syarat untuk menyelesaikan mata kuliah
Tugas Akhir program S-1 Jurusan Kimia,
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

**M. IZZUDDIN JUNDULLAH H.
NRP 1412100050**

Dosen Pembimbing
Lukman Atmaja, Ph. D.

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016

**PENGARUH PENAMBAHAN *MONTMORILLONITE*
PADA SIFAT KETAHANAN TERMAL
POLIVINIL ASETAT**

Nama : M. Izzuddin Jundullah H.
NRP : 1412100050
Jurusan : Kimia FMIPA-ITS
Dosen Pembimbing : Lukman Atmaja, Ph. D.

Abstrak

Polimerisasi emulsi PVAc dari PVA dan VAM menggunakan metode *semibatch* telah dipelajari. PVAc disintesis menggunakan pelarut DMSO dengan variasi penambahan *montmorillonite* 1%, 2%, dan 3%. Hasil analisis menggunakan spektroskopi FTIR menunjukkan adanya kemiripan gugus fungsi antara PVAc *solvent based* dengan PVAc hasil sintesis. Karakterisasi menggunakan *Thermogravimetric Analysis* (TGA) menunjukkan PVAc *solvent based* memiliki dekomposisi termal lebih baik dibandingkan PVAc hasil sintesis, yaitu 76,16% pada suhu 280-380°C dan 22,37% pada suhu 400-500°C.

Kata kunci : Monomer Vinil Asetat, Polivinil Alkohol,
Montmorillonite

EFFECT OF *MONTMORILLONITE* ADDITION ON THE THERMAL RESISTANCE PROPERTIES OF POLYVINYL ACETATE

Name : M. Izzuddin Jundullah H.
NRP : 1412100050
Department : Chemistry, FMIPA-ITS
Supervisor : Lukman Atmaja, Ph. D.

Abstract

PVAc emulsion polymerizations from PVA and VAM through semibatch method have been studied. The polymerization used DMSO as solvent with montmorillonite filler of 1%, 2%, and 3% addition. The results of analysis using FTIR spectorcopy show that industrial, solvent based PVAc has similar functional group with the PVAc synthesized. Thermogravimetric Analysis (TGA) characterization shows that industrial, solvent based PVAc has the best thermal decomposition than the other PVAc synthesized, which is 76,16% at temperature of 280-380°C and 22,37% at temperature of 400-500°C.

Keywords : Vinyl Acetate Monomer, Poliyinyl Alcohol, Montmorillonite

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT atas segala rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir yang berjudul “**Pengaruh Penambahan *Montmorillonite* pada Sifat Ketahanan Termal Polivinil Asetat**” dengan lancar tanpa ada kendala yang berarti.

Penulis menyadari bahwa kelancaran penulisan naskah ini tidak lepas dari dukungan berbagai pihak. Oleh karenanya penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Lukman Atmaja, Ph.D selaku pembimbing dan kepala laboratorium KME yang memberikan fasilitas selama pengerjaan tugas akhir ini.
2. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, MSc. Selaku Ketua Jurusan Kimia atas fasilitas yang telah diberikan.
3. Ibu Dra. Ita Ulfir MSi selaku dosen wali atas pengarahannya selama ini.
4. Kedua orang tua dan keluarga yang telah memberi dukungan, doa, dan semangat yang tiada henti.
5. Teman-Teman dan keluarga besar laboratorium KME dan SPECTRA Kimia 2012 yang selalu menghibur dan memberi semangat

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna serta masih banyak kekurangan. Oleh karena itu, saran dan kritik yang membangun sangat penulis harapkan.

Surabaya, 28 Januari 2016

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN.....	iv
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB I	1
PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Batasan Penelitian	3
1.4. Tujuan Penelitian.....	3
1.5. Manfaat Penelitian.....	3
BAB II	5
TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Polimer	5
2.1.1 Polimer Berdasarkan Monomernya.....	5
2.1.2 Polimer Berdasarkan Strukturnya.....	7
2.2 Jenis Polimer	8
2.2.1 Polimer Plastik	8
2.2.2 Elastomer.....	9

2.3 Polimerisasi	10
2.3.1 Polimerisasi Adisi.....	10
2.3.2 Polimerisasi Kondensasi.....	12
2.4 Metode Polimerisasi	13
2.4.1 Polimerisasi Massa (<i>Bulk</i>).....	13
2.4.2 Polimerisasi Larutan.....	14
2.4.3 Polimerisasi Suspensi	14
2.4.4 Polimerisasi Emulsi.....	15
2.5 Polivinil Alkohol	15
2.6 Vinil Asetat	16
2.7 Polivinil Asetat (PVAc).....	17
2.7.1 Polivinil Asetat <i>Water Based</i>	18
2.7.2 Polivinil Asetat <i>Solvent Based</i>	18
2.8 Dimetil Sulfoksida (DMSO)	18
2.9 Montmorillonite.....	19
2.10 Pengemulsi (<i>Emulsifier</i>).....	20
2.10.1 Surfactan	20
2.10.2 Koloid Pelindung.....	22
2.10.3 Larutan Penyangga (<i>Buffer</i>)	23
2.11 Inisiator Amonium Persulfat (APS)	23
2.12 Karakterisasi.....	24
2.12.1 Spektroskopi FTIR (<i>Fourier Transform Infrared</i>)	24
2.12.2 Uji Kuat Tarik (<i>Tensile Strength</i>).....	24
2.12.3 <i>Thermogravimetric Analysis</i> (TGA).....	25

BAB III.....	27
METODOLOGI PENELITIAN	27
3.1 Alat dan Bahan	27
3.1.1 Alat	27
3.1.2 Bahan.....	27
3.2 Prosedur Kerja.....	27
3.2.1 Persiapan Alat.....	27
3.2.2 Sintesis Polivinil Asetat.....	28
3.3 Karakterisasi.....	29
3.3.1 Uji Mekanik (<i>Tensile Strength</i>).....	29
3.3.2 Uji FT-IR.....	30
3.3.3 Uji Termal	30
BAB IV	31
HASIL DAN PEMBAHASAN.....	31
4.1 Sintesis Polivinil Asetat.....	31
4.2 Karakterisasi.....	36
4.2.1 <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	36
4.2.2 Thermogravimetric Analysis (TGA)	40
4.2.3 Uji Kuat Tarik (<i>Tensile Strength</i>).....	45
BAB V	49
KESIMPULAN DAN SARAN.....	49
5.1. Kesimpulan.....	49
5.2. Saran.....	49
DAFTAR PUSTAKA.....	50
BIODATA PENULIS.....	59

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Contoh susunan kopolimer blok.....	6
Gambar 2.2 Contoh susunan kopolimer cangkok.....	6
Gambar 2.3 Contoh susunan kopolimer <i>alternating</i>	7
Gambar 2.4 Contoh susunan kopolimer acak.....	7
Gambar 2.5 Polimerisasi adisi pada polietilena	10
Gambar 2.6 Mekanisme polimerisasi PVAc tahap inisiasi ...	11
Gambar 2.7 Mekanisme polimerisasi PVAc tahap propagasi	11
Gambar 2.8 Mekanisme polimerisasi PVAc tahap terminasi	12
Gambar 2.9 Polimerisasi kondensasi pada glukosa.....	13
Gambar 2.10 Rumus struktur polivinil alkohol.....	16
Gambar 2.11 Senyawa monomer vinil asetat.....	17
Gambar 2.12 Senyawa polivinil asetat.....	17
Gambar 2.13 Struktur <i>montmorillonite</i>	20
Gambar 2.14 Struktur molekul surfaktan	21
Gambar 2.15 Alkil benzena sulfonat linier.....	21
Gambar 2.16 Struktur amonium persulfat.....	23
Gambar 3.1 Skema alat labu berleher lima	28
Gambar 3.2 Ukuran standar sampel uji kuat tarik	30
Gambar 4.1 Rangkaian alat polimerisasi PVAc	32
Gambar 4.2 Produk PVAc (a) <i>solvent based</i> dari industri, (b) pelarut DMSO tanpa penambahan MMT, (c) penambahan MMT 1%, (d) penambahan MMT 2%, (e) penambahan MMT 3%.....	34
Gambar 4.3 Mekanisme polimerisasi PVAc tahap inisiasi ...	35
Gambar 4.4 Mekanisme polimerisasi PVAc tahap propagasi	35

Gambar 4.5 Mekanisme polimerisasi PVAc tahap terminasi	36
Gambar 4.6 Spektra FTIR PVAc <i>solvent based</i>	37
Gambar 4.7 Spektra FTIR dari sampel PVAc hasil sintesis..	38
Gambar 4.8 Kurva TGA PVAc <i>solvent based</i>	40
Gambar 4.9 Skema reaksi pelepasan gugus asetil	41
Gambar 4.10 Hasil TGA sampel polivinil asetat.....	42
Gambar 4.11 Suhu awal dekomposisi masing-masing sampel PVAc	44
Gambar 4.12 Sampel uji kuat tarik yang sudah dicetak	45
Gambar 4.13 Rangkaian alat <i>tensile strength</i>	46
Gambar 4.14 Retakan pada lembaran PVAc dengan penambahan <i>montmorillonite</i> (a) 1% , (b) 2% , dan (c) 3%	47
Gambar 4.15 Sampel PVAc dengan penambahan <i>montmorillonite</i> yang mengerut.....	48

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Puncak-puncak penting dari spektra FTIR PVAc .	39
Tabel 4.2 Zona suhu dekomposisi sampel.....	43
Tabel 4.3 Penurunan massa sampel pada zona dekomposisi.	43

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A SKEMA KERJA.....	59
LAMPIRAN B KOMPOSISI BAHAN UNTUK SINTESIS PVAc PELARUT DIMETIL SULFOKSIDA61	
LAMPIRAN C DATA SPEKTRA HASIL FTIR SAMPEL PVAc	62
LAMPIRAN D DATA HASIL TGA SAMPEL PVAc.....	67

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Badan mobil berteknologi listrik biasanya tersusun dari material berbahan dasar *fiberglass* dan poliuretan. Bahan *fiberglass* dipilih karena mempunyai massa yang lebih rendah dibandingkan plat besi, hal ini sangat diperlukan agar pemakaian listrik menjadi lebih efisien. Penurunan berat mobil dapat menurunkan energi yang dibutuhkan mobil untuk bergerak cepat atau mendaki bukit, serta meningkatkan daya jelajah (Flavin dan Lenssen, 1995). Bahan poliuretan dipilih karena mempunyai konduktivitas termal yang rendah dan dapat mengurangi konsumsi energi lebih dari 50% sehingga penggunaan bahan bakar semakin efisien pula (Nieuwenhuysse, 2006).

Proses perekatan kerangka badan mobil adalah permasalahan yang muncul pada industri mobil listrik. Dalam proses perekatan kerangka mobil listrik, diperlukan perekat yang dapat merekatkan material poliuretan dan *fiberglass* secara kuat. Perekat tersebut juga harus memiliki ketahanan panas yang tinggi (tahan pada kenaikan suhu tertentu).

Pada umumnya segala jenis perekat (lem) termasuk dalam golongan polimer. Polivinil asetat (PVAc) adalah salah satu polimer aplikatif yang digunakan sebagai perekat material poliuretan. PVAc memiliki harga yang relatif murah, tidak beracun, dan tidak memiliki dampak negatif bagi lingkungan. PVAc termasuk polimer yang dapat disintesis melalui proses polimerisasi emulsi. PVAc merupakan polimer yang tidak berbau, tahan terhadap jamur, dan memiliki viskositas seragam (Feldman dan Barbalata, 1996). Kinerja mekanik dari PVAc akan menurun seiring meningkatnya suhu. Stabilitas ikatan PVAc akan menurun pada suhu di atas 70°C (Kaboarani dan Riedl, 2011).

PT Greatchemindo Satria Putramas (GSP) sedang mengembangkan PVAc jenis *solvent based*. PVAc *water based* berbeda dengan PVAc *solvent based*. PVAc *water based* berbasis air dalam proses pelarutan saat polimerisasi, sedangkan PVAc *solvent based* berbasis berbagai macam pelarut organik. Masing-masing pelarut tersebut memiliki keunikan sifat tersendiri. Beberapa pelarut yang pernah dilaporkan adalah metanol dan etil asetat (Provitayana, 2015). Pelarut metanol murni tidak dapat melarutkan polivinil alkohol secara sempurna, sehingga lateks PVAc yang dihasilkan memiliki kemampuan mekanik rendah (Amalya, 2014). PVAc yang disintesis menggunakan pelarut etil asetat tidak dapat melarutkan polivinil alkohol secara sempurna, dibutuhkan air terdemineralisasi sebagai pelarut tambahan (Putra, 2015).

Polimerisasi emulsi PVAc umumnya terjadi melalui reaksi radikal bebas dengan beberapa komponen penting yaitu monomer dan *emulsifier* yang terdiri dari *buffer*, surfaktan, dan koloid pelindung (Lange, 2011). Surfaktan memiliki peranan penting sebagai tempat terjadinya reaksi polimerisasi, stabilisator pertumbuhan partikel selama polimerisasi, dan sebagai agen pengubah rantai (Salager, 2002).

Optimalisasi kinerja dari PVAc dapat dilakukan dengan berbagai cara, diantaranya adalah dengan penambahan *filler*. Kalsium karbonat, *clay*, kaolin, dan *bentonite* adalah contoh *filler* yang ditambahkan pada material polivinil asetat. Penambahan *filler* akan meningkatkan viskositas PVAc yang dihasilkan (Qiao, 2006).

Montmorillonite adalah salah satu *filler* yang dapat meningkatkan kinerja mekanik PVAc sebagai perekat (Kaboarani dan Riedl, 2011). Pemakaian *montmorillonite* sebagai *filler* pada sintesis PVAc dengan pelarut dimetil sulfoksida beserta pengaruhnya pada ketahanan panas belum pernah dilaporkan.

1.2 Perumusan Masalah

Permasalahan pada penelitian ini adalah belum diketahuinya efek penambahan *montmorillonite* K-10 (Sigma Aldrich) pada sifat ketahanan termal PVAc yang disintesis dengan pelarut dimetil sulfoksida.

1.3 Batasan Penelitian

Sintesis PVAc akan dilakukan dengan metode *semibatch* dengan pelarut Dimetil Sulfoksida (DMSO), koloid pelindung polivinil alkohol (PVA), buffer sodium bikarbonat, inisiator amonium persulfat, dan surfaktan tipe FES 27 IS. Seluruh PVAc hasil sintesis akan dikarakterisasi menggunakan FTIR, TGA, dan *tensile strength*.

1.4. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh dari penambahan *montmorillonite* K-10 (Sigma Aldrich) terhadap ketahanan termal PVAc dan prosentase *montmorillonite* yang perlu ditambahkan agar diperoleh perekat PVAc dengan kualitas tinggi.

1.5. Manfaat Penelitian

Penelitian ini bermanfaat dalam memberikan informasi lebih terperinci tentang pengaruh dari penambahan *montmorillonite* terhadap ketahanan termal PVAc.

“Halaman sengaja dikosongkan”

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Polimer

Polimer adalah zat yang terdiri dari unit struktural yang berulang, masing-masing unit tersebut berasal dari senyawa khusus yang disebut monomer. Monomer adalah unit struktural yang berulang dari suatu polimer dan berikatan satu sama lain dengan ikatan kovalen. Jika hanya ada beberapa unit monomer yang bergabung, maka disebut oligomer.

Sifat fisik dan kimia polimer berubah seiring dengan penambahan atau pengubahan jumlah monomer saat dilakukan sintesis. Pada prinsipnya, sifat-sifat polimer dapat disesuaikan dengan aplikasi tertentu melalui pengaturan jumlah dan jenis monomer (Treloar, 1970).

2.1.1 Polimer Berdasarkan Monomernya

Berdasarkan monomernya, polimer dapat dibagi menjadi homopolimer dan kopolimer. Homopolimer adalah polimer yang tersusun dari monomer yang sama (tunggal). Polietilen adalah contoh homopolimer, dibentuk hanya dari monomer etilena. Kopolimer adalah polimer yang dibentuk oleh lebih dari satu jenis monomer. Contoh dari kopolimer adalah polimer gabungan dari monomer etilena ($\text{CH}_2=\text{CH}_2$) dan propilena ($\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_3$) (Fuoss, 1951). Kopolimer dapat digolongkan berdasarkan cara monomer disusun sepanjang rantai polimer. Terdapat beberapa jenis kopolimer, antara lain:

2.1.1.1 Kopolimer Blok

Kopolimer blok mengandung satu blok monomer yang berikatan dengan blok monomer yang lain. Kopolimer blok terbentuk melalui proses polimerisasi ionik. Dua sifat fisik

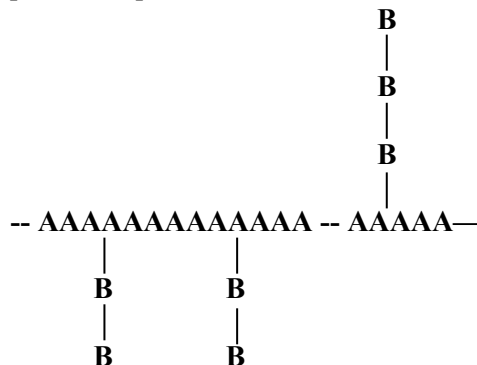
yang berasal dari kedua homopolimer tetap dimiliki oleh kopolimer blok (Ebewele, 2000). Contoh susunan kopolimer blok dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Contoh susunan kopolimer blok

2.1.1.2 Kopolimer *Graft* (tempel/cangkok)

Kopolimer cangkok adalah seuntai monomer yang “dicangkokkan” pada rantai monomer tipe lainnya. Kopolimer cangkok dibuat dengan mengikatkan bersama dua polimer yang berbeda. Kopolimer cangkok merupakan bentuk dasar dari kopolimer sisir (*comb copolymer*) dan bintang (*star copolymer*) (Ebewele, 2000). Contoh susunan kopolimer cangkok dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Contoh susunan kopolimer cangkok

2.1.1.3 Kopolimer Bergantian (*alternating*)

Alternating copolymer merupakan rantai polimer panjang yang tersusun atas dua unit monomer dengan posisi berselang-seling (Ebewele, 2000). Salah satu contoh *alternating copolymer* adalah polimer elektrolit dari karbon

dioksida dan glisidil eter (Tominaga dkk, 2010). Contoh susunan kopolimer *alternating* dapat dilihat pada Gambar 2.3.

--ABABABABABAB--

Gambar 2.3 Contoh susunan kopolimer *alternating*

2.1.1.4 Kopolimer Acak

Kopolimer acak merupakan kopolimer yang tidak memiliki urutan yang teratur. Monomer tersusun secara acak pada rantai molekul tersebut. Sifat kopolimer acak berbeda dari homopolimernya. (Ebewe, 2000). Contoh susunan kopolimer acak dapat dilihat pada Gambar 2.4.

--AABBABABBAABAABBA--

Gambar 2.4 Contoh susunan kopolimer acak

2.1.2 Polimer Berdasarkan Strukturnya

Berdasarkan strukturnya, polimer dapat dibedakan menjadi polimer rantai lurus, polimer rantai bercabang, dan polimer jaringan.

2.1.2.1 Polimer Rantai Lurus

Polimer rantai lurus adalah polimer yang tersusun dari monomer-monomer yang saling berikatan pada rantai panjang dan lurus, tanpa adanya percabangan. Polimer rantai lurus berwujud padatan pada suhu kamar dan dapat larut dalam beberapa pelarut. Polimer rantai lurus dapat berupa elastomer (bahan yang fleksibel) atau termoplastik seperti gelas (Billmeyer, 1984). Contoh dari polimer rantai lurus adalah polietilena, polivinil klorida, dan polimetil metakrilat (PMMA).

2.1.2.2 Polimer Rantai Bercabang

Polimer rantai bercabang adalah polimer yang mempunyai cabang pada rantai utamanya. Polimer jenis ini memiliki titik leleh, kuat tarik, dan densitas yang lebih rendah daripada polimer rantai lurus karena adanya percabangan pada rantai utama. (Billmeyer, 1984).

2.1.2.3 Polimer Jaringan

Polimer jaringan adalah polimer hasil gabungan dari polimer rantai lurus dan polimer rantau bercabang. Bahan ini biasanya digembungkan (*swelling*) oleh pelarut tetapi tidak sampai larut. Semakin besar prosentase ikat-silang (*cross-links*), maka semakin kecil jumlah penggembungannya (*swelling*). Jika derajat ikat-silang cukup tinggi, polimer dapat menjadi kaku, titik leleh tinggi, dan berupa padatan yang tak dapat digembungkan, misalnya intan (*diamond*) (Billmeyer, 1984).

2.2 Jenis Polimer

Berdasarkan kegunaannya, polimer dapat diklasifikasikan ke dalam dua kelompok, yakni polimer khusus (*advanced polymer*) dan polimer industri. Polivinil asetat (PVAc) yang menjadi topik dalam penelitian ini adalah dari golongan polimer industri. Polimer industri dapat diklasifikasikan lagi ke dalam dua kelas utama, yaitu polimer plastik dan elastomer (Gowariker, 2001).

2.2.1 Polimer Plastik

Plastik adalah resin organik yang dapat dibentuk (*moldable*) secara alami maupun dengan sintesis. Plastik memiliki keunggulan yaitu harganya yang relatif murah. Plastik dapat diklasifikasikan menjadi dua kelompok :

a. Termoplastik

Termoplastik merupakan plastik yang dapat melunak bila dipanaskan dan mengeras bila didinginkan, proses ini bersifat *reversible* dan dapat diulang. Termoplastik adalah polimer rantai lurus tanpa *cross-linking*. Di dalam struktur termoplastik terdapat rantai molekul panjang yang terikat satu sama lain. Contoh polimer yang bersifat termoplastik adalah akrilik, PVC, nilon, polipropilena, polistirena, dan polimetilmetakrilat (Harper, 1996).

b. Termoset

Termoset merupakan plastik yang membutuhkan panas dan tekanan dalam proses sintesisnya. Polimer jenis ini tidak dapat kembali melunak atau diubah kembali ke bentuk lain dan dapat rusak apabila dipanaskan pada suhu yang tinggi. Sebagian polimer termoset terdiri dari rantai panjang yang sangat *cross-linked* (dan/ atau terikat secara kovalen) satu sama lain untuk membentuk struktur jaringan 3 dimensi dan terbentuk menjadi kaku (padat). Termoset lebih kuat, tetapi lebih rapuh dibandingkan termoplastik. Berbagai jenis epoksi, karet vulkanisir, fenolat, resin poliester, dan resin amino (seperti urea dan melamin) adalah contoh termoset (Harper, 1996).

2.2.2 Elastomer

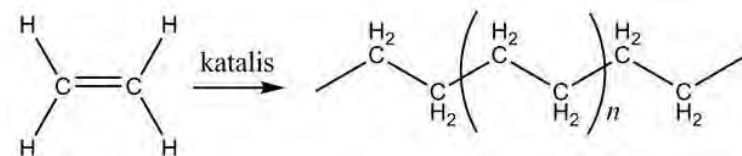
Elastomer adalah polimer yang dapat mengalami perpanjangan apabila diberi beban yang besar pada suhu kamar dan kembali ke bentuk aslinya ketika beban dilepaskan. Elastomer terdiri dari rantai polimer *coil* yang *reversible* dan dapat meregang apabila diberikan gaya (Harper, 1996).

2.3 Polimerisasi

Polimerisasi merupakan proses dasar yang terjadi pada suatu senyawa dengan massa molekul relatif rendah menjadi massa molekul relatif tinggi (Misra, 1993). Reaksi polimerisasi adalah reaksi penggabungan molekul-molekul kecil (monomer) yang membentuk molekul lebih besar. Terdapat dua jenis reaksi polimerisasi, yaitu polimerisasi adisi dan polimerisasi kondensasi (Harper, 1996).

2.3.1 Polimerisasi Adisi

Polimerisasi adisi yaitu penambahan unit monomer secara kontinu yang dipacu oleh suatu intermediet. Intermediet dapat berupa radikal, anion atau kation. Polimerisasi adisi terjadi pada unit monomer yang mempunyai ikatan rangkap. Reaksi adisi mengakibatkan perubahan ikatan rangkap menjadi ikatan tunggal (Odiان, 1970). Contoh dari polimerisasi adisi digambarkan pada Gambar 2.5.

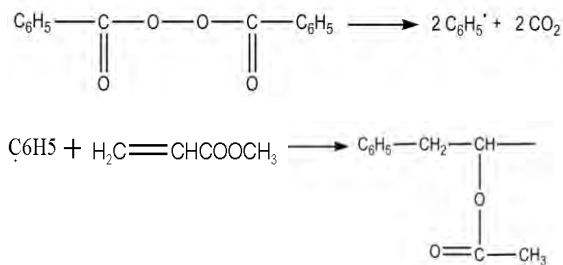


Gambar 2.5 Polimerisasi adisi pada polietilena

Monomer tak jenuh diubah menjadi polimer melalui reaksi polimerisasi adisi. Polimerisasi ini memiliki tiga tahap reaksi yaitu inisiasi, propagasi, dan terminasi. Dalam kondisi yang sesuai, polimerisasi akan berlangsung cepat. Pada proses ini tidak ada eliminasi dari produk samping (Ghosh, 2002). Mekanisme reaksi pembuatan polivinil asetat menggunakan inisiator benzoil peroksida digambarkan dalam tiap tahap berikut (Lange, 2011).

a) Inisiasi

Dalam tahap ini terjadi pembentukan radikal bebas. Radikal bebas yang terbentuk akan bereaksi dengan monomer vinil asetat (VAM) untuk selanjutnya masuk ke dalam tahap propagasi. Mekanisme polimerisasi PVAc tahap inisiasi dapat dilihat pada Gambar 2.6.

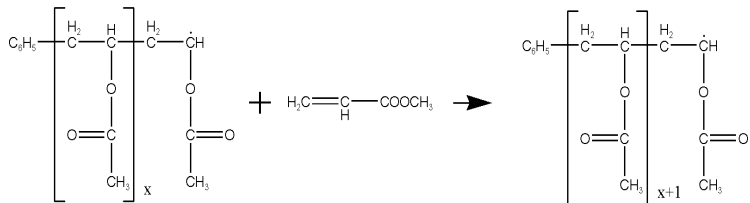


Gambar 2.6 Mekanisme polimerisasi PVAc tahap inisiasi

(Lange, 2011).

b) Propagasi

Dalam tahap ini terjadi pembentukan rantai panjang polimer. Monomer vinil asetat (VAM) yang memiliki radikal bebas menyerang monomer lain dan terjadi secara berulang. Mekanisme polimerisasi PVAc tahap propagasi dapat dilihat pada Gambar 2.7.

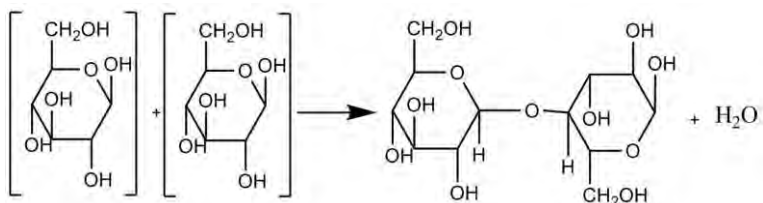


Gambar 2.7 Mekanisme polimerisasi PVAc tahap propagasi

(Lange, 2011).

yang sama dan memerlukan waktu yang lama untuk mendapatkan polimer dengan massa molekul relatif tinggi (Misra, 1993).

Contoh polimerisasi kondensasi adalah pembentukan selulosa dari monomer glukosa (Qian dan Liu, 2013). Glukosa sebanyak n akan bergabung membentuk rantai dan air dengan jumlah $(n-1)$. Pada polimerisasi selulosa, dua monomer glukosa bergabung, mengkondensasikan molekul air, kemudian melepaskan atom oksigen yang menghubungkan dua monomer. Proses ini terus berlanjut sehingga membentuk rantai. Proses polimerisasi pada glukosa dapat dilihat pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Polimerisasi kondensasi pada glukosa

2.4 Metode Polimerisasi

Terdapat empat jenis metode polimerisasi yang biasa digunakan pada polimerisasi radikal bebas, yaitu polimerisasi massa (*bulk*), polimerisasi larutan, polimerisasi suspensi, dan polimerisasi emulsi (Young dan Lovell, 2011). Pada penelitian ini, digunakan metode polimerisasi emulsi untuk sintesis polivinil asetat.

2.4.1 Polimerisasi Massa (*Bulk*)

Polimerisasi massa merupakan cara paling sederhana untuk mengubah monomer menjadi sebuah polimer. Reaktan yang dibutuhkan dalam polimerisasi massa adalah monomer, inisiator yang larut dalam monomer, dan *chain transfer agent* (Harahap dan Manurung, 2005).

Polimerisasi massa dapat terjadi melalui proses pengadukan maupun tanpa proses pengadukan (dalam keadaan diam). Kelemahan dalam polimerisasi massa adalah viskositas produk yang meningkat seiring terbentuknya polimer, sedangkan konduktivitas termalnya menurun. Perpindahan panas akan sulit terjadi, hal ini menyebabkan suhu meningkat dan terjadi autoakselerasi. Proses polimerisasi tidak dapat dikendalikan dan monomer sulit dihilangkan (Mitchell, 2004).

2.4.2 Polimerisasi Larutan

Polimerisasi larutan berlangsung dengan adanya pelarut inert dan inisiator (20% monomer dan 80% pelarut). Polimerisasi larutan melibatkan proses pelarutan monomer pada pelarut yang sesuai (Harahap dan Manurung, 2005). Adanya pelarut mengurangi viskositas sehingga perpindahan panas dapat dikendalikan. Kelemahan dari polimerisasi larutan adalah pelarut sulit dipisahkan dari polimer sehingga dapat mendorong perpindahan rantai ke tahap akhir dan menyebabkan berkurangnya massa molekul relatif dari produk (Stuart, 2002).

2.4.3 Polimerisasi Suspensi

Polimerisasi suspensi dilakukan dengan meneteskan monomer cair yang terdispersi dalam air atau media lain. Penetesan monomer ini menyebabkan polimerisasi berbentuk partikel padatan bulat. Proses umumnya melibatkan dispersi monomer dalam cairan *non solvent* ke dalam tetesan kecil. Media yang diaduk adalah *non solvent* yang mengandung sedikit agen pendispersi. Monomer yang digunakan harus tidak larut pada media reaksi untuk membentuk dispersi. Inisiator yang larut dalam monomer akan memberi hasil optimum (Ravve, 2012).

2.4.4 Polimerisasi Emulsi

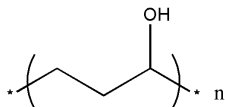
Proses polimerisasi emulsi memerlukan air dan surfaktan. Air digunakan sebagai media, sedangkan surfaktan berfungsi sebagai penghasil misel untuk tempat nukleasi dan penstabil partikel polimer. Proses polimerisasi emulsi tidak menyisakan monomer pada hasil akhir. Ada tiga bentuk struktur polimer emulsi yaitu *raspberry*, *core-shell*, dan *a-corn* (Helmiyati dkk., 2009).

Polimerisasi emulsi adalah proses polimerisasi adisi radikal yang terjadi pada sistem heterogen. Proses ini melibatkan emulsifikasi dari monomer yang relatif hidrofobik dalam air dengan pengemulsi minyak dalam air. Pada akhir reaksi didapatkan produk berupa cairan seperti susu yang disebut lateks (dispersi koloid partikel polimer dalam media air). Ciri khas dari partikel-partikel tersebut adalah terdiri dari 1-10000 makromolekul. Masing-masing makromolekul berisi sekitar 100-1000000 unit monomer (Yamak, 2013).

2.5 Polivinil Alkohol

Polivinil Alkohol (PVA) adalah suatu resin yang dibuat dari proses penggabungan molekul-molekul (polimerisasi). PVA diperoleh dari hidrolisis polimer vinil ester dengan menggunakan material awal polivinil asetat. PVA merupakan polimer sintetik yang bersifat *biodegradable* (Kroschwitz, 1998).

Polivinil Alkohol dapat pula diproduksi secara komersial melalui hidrolisis Polivinil Asetat dengan alkohol. PVA tidak dapat dipolimerisasi secara alami dari monomernya (Krick-Othmer, 1982). Produk PVA dijumpai sebagai kopolimer dari vinil asetat dan vinil alkohol. Rumus struktur polivinil alkohol dengan kopolimer vinil asetat dijabarkan pada Gambar 2.10.



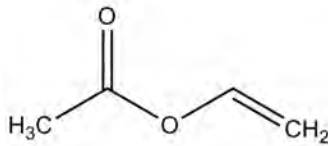
Gambar 2.10 Rumus struktur polivinil alkohol

PVA berwarna putih, berbentuk seperti serbuk, memiliki rasa hambar, tembus cahaya, tidak berbau dan larut dalam air. PVA adalah polimer yang mempunyai sifat hidrofilik dan digunakan sebagai perekat. Berbagai bentuk polivinil alkohol (PVA) digunakan sebagai bahan aditif dalam proses-proses sintesis produk kimia. Polimer ini merupakan perekat yang baik serta memiliki ketahanan terhadap minyak dan pelumas. Film PVA memiliki daya tegang atau *tensile strength* yang tinggi serta tahan terhadap abrasi (Lange, 2011).

2.6 Vinil Asetat

Vinil Asetat Monomer (VAM) adalah cairan bening yang dapat larut secara perlahan dalam air. Struktur dari senyawa vinil asetat dapat dilihat dari Gambar 2.11. VAM merupakan cairan yang mudah terbakar. VAM dalam jumlah sedikit memiliki bau manis seperti buah, namun pada konsentrasi yang lebih tinggi memiliki bau menyengat dan dapat menyebabkan iritasi.

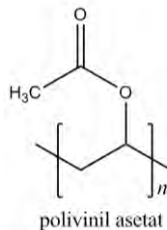
Vinil asetat merupakan bahan baku untuk pembuatan polivinil asetat, vinil asetat kopolimer, polivinil alkohol, dan vinil klorida (Erbil, 2000). Produksi vinil asetat dapat dilakukan melalui tiga cara, yakni proses etilen, proses asetilen, dan proses asetaldehid. Diantara ketiga proses tersebut, diketahui bahwa proses etilen memiliki efisiensi proses yang lebih baik (Weissmehl, 1997).



Gambar 2.11 Senyawa monomer vinil asetat

2.7 Polivinil Asetat (PVAc)

Polivinil asetat termasuk dalam jenis polimer termoplastis. PVAc biasa digunakan dalam pembuatan perekat, cat dan film. Rumus molekul polivinil asetat terdapat pada Gambar 2.12.



Gambar 2.12 Senyawa polivinil asetat

Perekat polivinil asetat pada umumnya dikenal sebagai resin pengemulsi atau “lem putih”. PVAc diproduksi melalui reaksi polimerisasi monomer vinil asetat (VAM). Sifat fisik dari PVAc adalah tidak berbau, tidak mudah terbakar, dapat digunakan pada suhu dingin, dapat membeku dengan cepat. Aplikasi dari PVAc sangat mudah dan tidak merusak alat-alat selama proses pemotongan. Namun ketahanan mekanik PVAc dapat menurun seiring kenaikan suhu (Kim dan Kim, 2005).

Polivinil asetat adalah polimer yang memiliki sifat rekat kuat, sehingga dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan kertas, kayu, dan lem kain. PVAc juga banyak digunakan sebagai matriks pada pembuatan material komposit

yang dapat meningkatkan kekuatan material tersebut. PVAc dalam bentuk lem juga berfungsi sebagai matriks beberapa material komposit (Valencia, 2007).

2.7.1 Polivinil Asetat *Water Based*

PVAc *water based* disintesis dengan prekursor polivinil alkohol yang dilarutkan terlebih dahulu dalam air untuk proses hidrolisis. Selanjutnya ditambahkan monomer vinil asetat beserta komponen lain. Produk yang dihasilkan memiliki sifat non-volatil karena menggunakan pelarut air yang membutuhkan waktu untuk menguap lebih lama. Produk ini cenderung memiliki tegangan permukaan yang relatif tinggi, sehingga akan sulit untuk melapisi permukaan suatu material (Rolando, 1998).

2.7.2 Polivinil Asetat *Solvent Based*

Polivinil asetat jenis ini menggunakan pelarut lain untuk melarutkan senyawa prekursornya. Secara termodinamika, pelarut yang baik digunakan untuk sintesis polivinil asetat adalah pelarut organik alifatik yang bersifat volatil dan merupakan senyawa polar. Pelarut tersebut juga memiliki suhu transisi gelas yang relatif rendah, sehingga tidak begitu berpengaruh pada sifat termal dari polivinil asetat. Polivinil alkohol akan larut dalam pelarut yang sangat polar dan hidrofilik seperti Dimetil Sulfoksida (DMSO), Etilen Glikol (EG), N-Metil Pirolidon (NMP), Dimetil Formamida (DMF), dan Asetamida (Kaddaji dan Betageri, 2011).

2.8 Dimetil Sulfoksida (DMSO)

Dimetil sulfoksida (DMSO) merupakan senyawa kimia dengan rumus $(\text{CH}_3)_2\text{SO}$. DMSO pertama kali berhasil disintesis oleh ahli kimia Rusia bernama Alexander Saytzeff pada tahun 1867. Massa molekul relatif DMSO sebesar 78,13

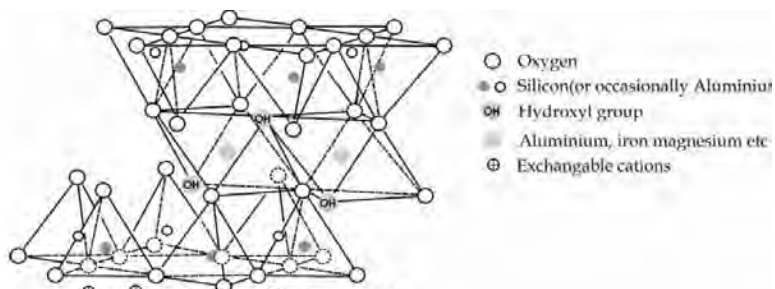
g/mol, memiliki titik beku pada suhu antara 18° - $18,55^{\circ}$ C dan titik didih pada suhu 189° C. DMSO adalah larutan tidak berwarna yang memiliki sifat aprotik dipolar, yaitu dapat melarutkan senyawa polar dan nonpolar. Dimetil sulfoksida juga memiliki sifat ampifilik (memiliki sifat hidrofilik dan hidrofobik) (Gaylord Chemical Company, 2007). Sifat ampifilik yang dimiliki DMSO mendukung kemampuan DMSO dalam menembus membran sel sehingga dapat melakukan penetrasi ke dalam sel (Sum dan Pablo, 2003).

2.9 Montmorillonite

Montmorillonite adalah mineral dari kelompok *smectite*, memiliki 2 lapisan tetrahedral yang mengapit satu lembar oktahedral pusat. Partikel-partikel *montmorillonite* berbentuk seperti piring dengan diameter rata-rata sekitar $1\mu\text{m}$ (Laird, 1996).

Montmorillonite merupakan anggota kelompok *mineral clay*. Umumnya *montmorillonite* membentuk kristal mikroskopik atau setidaknya kristal *micaceous* berlapis sangat kecil. *Montmorillonite* juga merupakan konstituen utama abu vulkanik yang disebut bentonit. Struktur *montmorillonite* dapat dilihat pada Gambar 2.13. Secara alami, struktur *montmorillonite* mengalami proses substitusi isomorfis, posisi Al^{3+} digantikan oleh $\text{Mg}^{2+}/\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ dan Si^{4+} digantikan Al^{3+} . Sebagai konsekuensinya terdapat muatan negatif pada permukaan dan harus dinetralkan oleh kation lain, kation ini disebut kation *interlayer* (Sapalidis, 2011).

Penambahan *montmorillonite* pada polivinil asetat dapat mengubah kinerja dari PVAc tersebut, baik sebagai polimer termoplastik maupun sebagai bahan perekat. *Montmorillonite* mempengaruhi kuat ikatan dari PVAc dengan besaran yang berbeda, bergantung pada jenis dan banyak muatan *nano-clay* (Kaboarani dan Riedl, 2011).



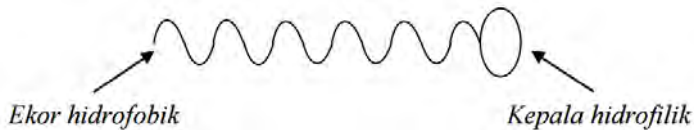
Gambar 2.13 Struktur *montmorillonite*

2.10 Pengemulsi (*Emulsifier*)

Pengemulsi memberikan kestabilan pertumbuhan partikel koloid dan menyediakan tempat untuk nukleasi partikel. Pengemulsi yang digunakan dalam polimerisasi emulsi adalah surfaktan non-ionik, surfaktan anionik, dan koloid pelindung. Ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel dari partikel yang terbentuk dipengaruhi oleh jumlah pengemulsi. Partikel besar diproduksi saat terdapat pengemulsi dalam jumlah kecil, sedangkan partikel yang lebih kecil akan terbentuk saat terdapat pengemulsi dalam jumlah besar (Lange, 2011).

2.10.1 Surfaktan

Molekul surfaktan mengandung satu ujung hidrofobik dan satu ujung hidrofilik. Struktur dari suatu surfaktan terdapat pada Gambar 2.14. Surfaktan (*surface active agents*) berfungsi menurunkan tegangan permukaan air dan mematahkan ikatan-ikatan hidrogen pada permukaan. Kepala hidrofilik suatu surfaktan terdapat pada permukaan air, sedangkan ekor hidrofiliknya menjauhi permukaan air (Ralp, 1982).

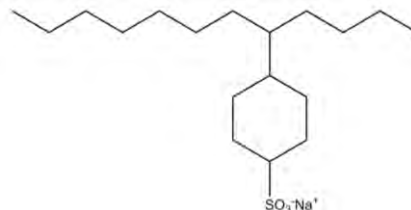


Gambar 2.14 Struktur molekul surfaktan

Aktifitas surfaktan diperoleh karena sifat ganda dari molekulnya. Molekul surfaktan memiliki bagian polar yang suka akan air (hidrofilik) dan bagian non polar yang suka akan minyak/lemak (lipofilik). Bagian polar molekul surfaktan dapat bermuatan positif, negatif atau netral. Sifat rangkap ini yang menyebabkan surfaktan dapat diadsorpsi pada antar muka udara-air, minyak-air dan zat padat-air. Hal ini mengakibatkan terbentuknya lapisan tunggal dengan gugus hidrofilik berada pada fase air dan rantai hidrokarbon pada fase udara. Umumnya bagian non polar (lipofilik) merupakan rantai alkil yang panjang, sementara bagian yang polar (hidrofilik) mengandung gugus hidroksil. (Jatmika, 1998)

2.10.1.1 Surfaktan Anionik

Surfaktan anionik merupakan surfaktan yang mengandung muatan negatif pada bagian aktif permukaannya. Contoh dari jenis surfaktan anionik adalah Alkohol Sulfat (AS), Alkohol Eter Sulfat (AES), Natrium Laurel Eter Sulfat (SLES), dan alkil benzena sulfonat linier pada Gambar 2.15.



Gambar 2.15 Alkil benzena sulfonat linier

2.10.1.2 Surfaktan Kationik

Surfaktan kationik merupakan surfaktan yang mengandung muatan positif pada bagian aktif permukaannya. Surfaktan kationik terionisasi dalam air. Contoh surfaktan kationik adalah ammonium kuarterner (Myers, 2006).

2.10.1.3 Surfaktan Non Ionik

Surfaktan non ionik merupakan surfaktan yang tidak mengandung muatan apapun pada bagian aktif permukaannya. Surfaktan non ionik tidak terionisasi di dalam air. Contoh surfaktan non ionik adalah alkohol etoksilat, polioksietilen ($\text{R-OCH}_2\text{CH}$). Contoh lain dari surfaktan non ionik adalah hasil multihidroksi seperti glikol ester, gliserol ester, glukoksida, dan sukrosa ester (Tadros, 2005).

2.10.1.4 Surfaktan Amfoterik

Surfaktan amfoterik dapat bersifat sebagai surfaktam non ionik, kationik, dan anionik di dalam larutan. Surfaktan amfoterik mengandung muatan negatif maupun muatan positif pada bagian aktif pada permukaannya. Contoh dari surfaktan amfoterik adalah sulfobetain ($\text{RN}^+(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_3^-$) (Sastrohamidjojo, 2005).

2.10.2 Koloid Pelindung

Koloid pelindung dapat menstabilkan suatu emulsi karena menurunkan tegangan permukaan secara bertahap. Penurunan tegangan permukaan akan menurunkan energi bebas yang diperlukan untuk pembentukan emulsi. Semakin rendah energi bebas pembentukan emulsi, maka emulsi akan menjadi lebih stabil. Tegangan permukaan menurun karena terjadi adsorpsi oleh pengemulsi pada permukaan cairan dengan bagian ujung yang polar berada di air dan ujung hidrokarbon pada minyak (Cahyadi, 2008). Pada proses polimerisasi emulsi pada vinil asetat, koloid pelindung yang

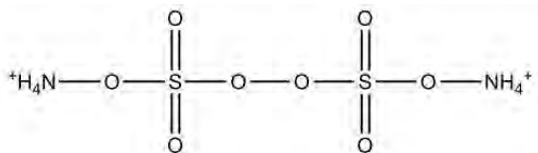
memungkinkan adalah polivinil alkohol (PVA) dan hidroksil etil selulosa (HEC) (Lange, 2011).

2.10.3 Larutan Penyangga (*Buffer*)

Larutan penyangga adalah larutan yang terdiri dari asam lemah atau basa lemah dan konjugatnya. Komposisi dari larutan penyangga menyebabkan larutan memiliki kemampuan untuk mempertahankan pH saat ditambahkan sedikit asam atau basa. Selain untuk mempertahankan pH, larutan penyangga juga digunakan untuk mengendalikan laju dekomposisi inisiator (Oxtoby, 2002). Pada pembuatan PVAc, polimerisasi emulsi berlangsung pada pH 4,5 - 5,5. Untuk mendapatkan emulsi pada pH tersebut, larutan penyangga ditambahkan selama proses polimerisasi berlangsung. Contoh larutan penyangga yang sering digunakan dalam sintesis PVAc adalah sodium bikarbonat (SBK) dan kalium bikarbonat (Lange, 2011).

2.11 Inisiator Amonium Persulfat (APS)

Inisiator amonium persulfat (APS) digunakan dalam penelitian ini. Inisiator merupakan sumber radikal bebas dalam polimerisasi emulsi. Inisiator berperan menginisiasi terjadinya reaksi polimerisasi adisi monomer-monomer untuk membentuk polimer. Radikal sulfat akan terbentuk seiring kenaikan suhu (Oktavia, 2006). Gambar 2.16 menunjukkan rumus struktur dari amonium persulfat



Gambar 2.16 Struktur amonium persulfat

2.12 Karakterisasi

2.12.1 Spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Spektra inframerah suatu senyawa dapat memberikan gambaran dan struktur molekul senyawa tersebut. Spektra inframerah dapat dihasilkan dengan mengukur absorpsi radiasi, refleksi, atau emisi di daerah inframerah. Daerah inframerah pada spektrum gelombang elektromagnetik mencakup bilangan gelombang 14.000 cm^{-1} hingga 10 cm^{-1} . Daerah inframerah sedang ($4000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$) berkaitan dengan transisi energi vibrasi dari molekul yang memberikan informasi mengenai gugus-gugus fungsi dalam molekul tersebut. Daerah inframerah jauh ($400\text{--}10\text{ cm}^{-1}$) bermanfaat untuk menganalisis molekul yang mengandung atom-atom berat seperti senyawa anorganik, namun membutuhkan teknik khusus yang lebih baik. Daerah inframerah dekat ($12.500\text{--}4.000\text{ cm}^{-1}$) peka terhadap vibrasi *overtone* (Shechter, 1997).

Molekul dari suatu senyawa akan tereksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi saat menyerap radiasi inframerah. Dalam proses penyerapan, energi yang diserap akan menaikkan amplitudo gerakan vibrasi ikatan dalam molekul. Hanya ikatan yang mempunyai momen dipol yang dapat menyerap radiasi inframerah (Sastrohamidjojo, 1992).

2.12.2 Uji Kuat Tarik (*Tensile Strength*)

Uji kuat tarik merupakan eksperimen mekanik yang informatif untuk semua material. Uji kuat tarik dilakukan untuk mengetahui sifat tegangan-regangan dalam kondisi material menerima gaya. Hal ini biasanya dilakukan dengan cara pengukuran gaya yang diberikan secara terus menerus kepada sampel sehingga memanjang pada tingkat panjang yang konstan (Billmeyer, 1984). Nilai modulus elastisitas didapatkan melalui persamaan (Boyer, 1987).

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$$

dengan E = modulus elastisitas (MPa)
 σ = stress (Mpa)
 ε = strain

Kekuatan bahan merupakan hal penting dalam sifat suatu material. Kekuatan bahan diukur dengan cara diberi tegangan seperlunya. Hal ini dilakukan untuk membuat deformasi plastik yang lebih besar atau tegangan maksimum saat bahan bisa bertahan (Davis, 2004).

2.12.3 Thermogravimetric Analysis (TGA)

TGA adalah pengembangan dari metode pemanasan konvensional dengan pengukuran perubahan massa dari sampel material yang diukur secara bertahap. TGA dilakukan dengan pemanasan pada laju kenaikan suhu yang konstan selama berada dalam *furnace*. Pada saat bersamaan, sampel ditimbang secara terus menerus saat dipanaskan (Todor, 1976).

Pengaturan atmosfer seperti agen pengoksidasi atau keberadaan gas inert akan mempengaruhi hasil dari TGA. Hasil pengukuran TGA berupa kurva yang menunjukkan persen massa terhadap suhu. Perubahan massa akan terjadi ketika sampel kehilangan molekul-molekulnya (terdekomposisi) atau bereaksi dengan atmosfer sekitar. Hal ini menghasilkan kurva TGA seperti anak tangga (Gabbot, 2008).

“Halaman sengaja dikosongkan”

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *mechanical stirrer*, *wise stir* HS-50A, penutup labu berleher lima, *infuse set*, pemanas listrik, seperangkat alat reaktor yang terbuat dari kaca, *agitator*, neraca analitik, pipet tetes, kaca arloji, *syringe*, corong, kondensor, gelas beker, gelas ukur, pengaduk besi berdaun dua, *waterbath*, serta instrumen yang digunakan untuk karakterisasi, yaitu FT-IR (*Fourier Transform Infrared*) Shimidzu-8400S, TGA (*Thermogravimetry Analysis*) Mettler Toledo, dan alat uji kuat tarik (*Tensile Strength*) Strograph VG 10-E.

3.1.2 Bahan

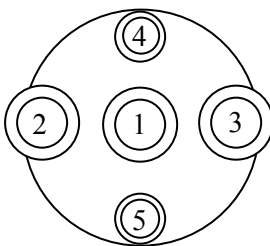
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah polivinil alkohol (PVA) *fully hydrolized* Merck, monomer vinil asetat (VAM) teknis, pelarut Dimetil Sulfoksida (DMSO) Emsure ACS Merck, surfaktan anionik FES 27 IS, gas nitrogen (N₂), anti mikrobial (AM) teknis, dibutil phtalate (DBP) teknis, sodium bikarbonat (SBK) SAP Chemicals, inisiator amonium persulfat (APS) PA Emsure Merck, *montmorillonite* K-10 (Sigma Aldrich), dan sampel polivinil asetat standar yang berasal dari industri (untuk selanjutnya akan disebut PVAc *solvent based*).

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Persiapan Alat

Labu berleher lima digunakan sebagai penutup gelas reaktor pada reaksi polimerisasi polivinil asetat. Skema alat

labu berleher lima dapat dilihat pada Gambar 3.1. Leher pertama merupakan tempat diletakkannya pengaduk besi yang digerakkan menggunakan *mechanical stirer*. Leher kedua dihubungkan dengan kondensor refluks. Leher ketiga digunakan untuk mengalirkan gas N₂ pada saat polimerisasi. Leher keempat dan kelima dipakai sebagai *infuse set*, tempat untuk mengalirkan inisiator amonium persulfat (APS) dan monomer vinil asetat (VAM) yang terhubung ke dua buah *syringe* dan terikat pada statif.



Gambar 3.1 Skema alat labu berleher lima

3.2.2 Sintesis Polivinil Asetat

Pelarut DMSO ditimbang sebanyak 462 gram dan dimasukkan ke dalam gelas reaktor melalui labu berleher lima. Kemudian dipanaskan hingga suhu 70°C dan dialiri gas nitrogen selama 2 menit. Setelah itu ditambahkan polivinil alkohol sebanyak 60,437 gram ke dalam gelas reaktor. Kemudian dinaikkan suhunya hingga 90°C dan diaduk menggunakan *mechanical stirer* dengan kecepatan 750 rpm hingga PVA terlarut sempurna.

Larutan amonium persulfat (APS), sodium bikarbonat (SBK), dan surfaktan dimasukkan ke dalam gelas reaktor selama proses pengadukan. Campuran diaduk selama 10 menit. Monomer vinil asetat (VAM) dan larutan amonium persulfat (APS) sebanyak 45 gram dimasukkan melalui *syringe* yang terpisah tetes demi tetes. Campuran diaduk selama 1 jam dengan kecepatan 750 rpm sampai terbentuk busa putih.

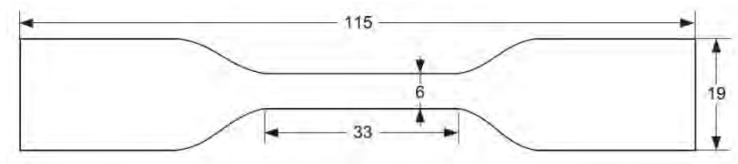
Campuran direfluks dan diaduk selama 10 menit kemudian ditambahkan campuran VAM-Surfaktan dan larutan APS. Sisa larutan amonium persulfat dan monomer vinil asetat dimasukkan kembali secara perlahan setelah isi *syringe* habis. Pengadukan campuran dilanjutkan kembali selama 4 jam dan suhu reaktor diturunkan hingga 30°C.

Dibutil phtalate (DBP) dan anti mikrobial (AM) pada tahap selanjutnya dimasukkan melalui salah satu leher labu. Pengadukan tetap dilanjutkan selama beberapa menit dan sintesis selesai dilakukan. Selanjutnya, dimasukkan serbuk *montmorillonite* K-10 (Sigma Aldrich) tanpa preparasi. *Montmorillonite* yang ditambahkan adalah variasi 1%, 2%, dan 3% berat *montmorillonite* terhadap PVAc. Campuran diaduk menggunakan *mechanical stirer* selama 1 jam dengan kecepatan 750 rpm. Produk berupa lateks PVAc dipindahkan di atas plat kaca dan dibiarkan pada suhu ruangan selama 2 minggu.

3.3 Karakterisasi

3.3.1 Uji Mekanik (*Tensile Strength*)

Analisis sifat mekanik dilakukan dengan menggunakan alat *Sterograph Tensile Machine* V-10E. Lembaran sampel dicetak seperti pada Gambar 3.2, sesuai dengan standar yang digunakan pada alat *Tensile Strength*. PVAc dikarakterisasi dengan metode uji kuat tarik (*Tensile Strength*) untuk mengetahui sifat mekanik melalui data *strain* dan *stress* yang didapat. Analisis ini digunakan untuk mengetahui seberapa kuat polimer yang terbentuk dari uji tarik dan regangannya, sehingga didapatkan modulus elastisitasnya. Sampel diuji tarik dengan besar gaya 100 N dan laju tarik 100 mm/menit.



Gambar 3.2 Ukuran standar sampel uji kuat tarik

3.3.2 Uji FT-IR

PVAC dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada sampel. Sampel dipreparasi terlebih dahulu sebelum dilakukan uji FTIR. Sampel PVAc diambil sebanyak 0,002 g dan diletakkan di atas mortar. Serbuk KBr ditambahkan sebanyak 0,01 g. PVAc dan KBr kemudian digerus dan ditekan menggunakan dongkrak hidrolik hingga berbentuk pelet. Pelet tersebut kemudian diletakkan dalam *holder* FTIR dan diukur dengan bilangan gelombang antara 500-4000 cm^{-1}

3.3.3 Uji Termal

Analisis termal dilakukan dengan TGA untuk mengetahui massa sampel yang terdekomposisi pada kenaikan suhu tertentu secara konstan. Sampel yang diuji ditimbang antara 10-80 mg. Laju pemanasan diatur sebesar $5^{\circ}\text{C}/\text{menit}$. Pengukuran dilakukan dengan rentang suhu 30-800 $^{\circ}\text{C}$. Alat TGA yang digunakan adalah TGA tipe Mettler Toledo. Analisis TGA dilakukan di laboratorium jurusan Teknik Material dan Metalurgi ITS.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Polivinil Asetat

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis polivinil asetat (PVAc) menggunakan pelarut dimetil sulfoksida (DMSO) dengan variasi penambahan *montmorillonite* prosentase berat 1%, 2%, dan 3% melalui metode *semibatch*. Ada tiga jenis metode yang digunakan dalam polimerisasi emulsi, yaitu metode *batch*, *semibatch* (setengah kontinu), dan kontinu. Polimerisasi emulsi metode *semibatch* menghasilkan lebih banyak partikel polimer jika dibandingkan dengan metode *batch* konvensional (Shaffie, 2010).

Sintesis polivinil asetat dilakukan dalam gelas reaktor berukuran besar dengan penutup berleher lima. Leher pertama merupakan tempat diletakkannya pengaduk besi yang digerakkan menggunakan *mechanical stirer*. *Mechanical stirer* berfungsi sebagai pengaduk untuk mencampur bahan agar homogen. Leher kedua dihubungkan dengan kondensor refluks. Kondensor digunakan untuk menjaga agar pelarut DMSO tidak menguap. Leher ketiga dan keempat dipakai sebagai *infuse set*, tempat untuk mengalirkan inisiator amonium persulfat (APS) dan monomer vinil asetat (VAM) yang terhubung ke dua buah *syringe* yang terikat pada statif. Rangkaian alat yang digunakan ditunjukkan dalam Gambar 4.1.

Pelarut DMSO dengan volume 420 mL dimasukkan ke dalam gelas reaktor dan dipanaskan hingga 70°C. Selanjutnya dimasukkan polivinil alkohol (PVA) sebanyak 60 gram menggunakan corong. Polivinil alkohol berfungsi sebagai koloid pelindung dan bahan aditif untuk meningkatkan daya tegang atau *tensile strength*, serta tahan terhadap abrasi (Lange, 2011). Kemudian ke dalam gelas reaktor, dialirkan gas N₂ selama kurang lebih 2 menit. Gas N₂ ini berfungsi untuk

membuat kondisi reaktor bebas dari oksigen. Adanya gas oksigen di dalam reaktor akan mengganggu proses polimerisasi. Kandungan oksigen dalam sistem polimerisasi dapat memperlambat laju reaksi polimerisasi (Chern, 2006). Selanjutnya suhu dinaikkan menjadi 90°C dan pengaduk digerakkan dengan kecepatan 750 rpm hingga PVA terlarut sempurna.



Gambar 4.1 Rangkaian alat polimerisasi PVAc

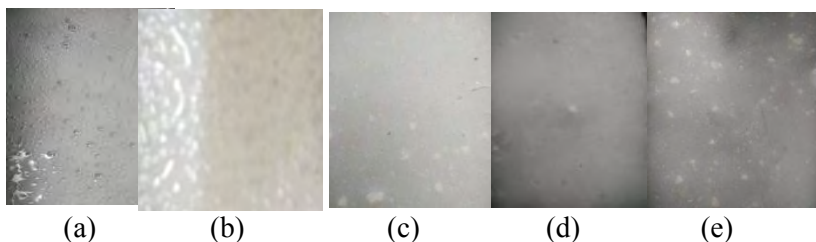
Larutan amonium persulfat (APS), sodium bikarbonat (SBK), dan surfaktan FES 27 IS dimasukkan ke dalam gelas reaktor setelah campuran terlarut sempurna. Campuran diaduk selama 10 menit. Proses polimerisasi polivinil asetat ini termasuk polimerisasi emulsi, sehingga dibutuhkan inisiator yang berfungsi untuk memulai terjadinya reaksi. Inisiator amonium persulfat akan menghasilkan radikal bebas yang memulai propagasi dari molekul polimer. Surfaktan FES 27 IS menurunkan tegangan permukaan air dan mematahkan ikatan-ikatan hidrogen pada permukaan. (Ralp, 1982). Pada pembuatan PVAc, polimerisasi emulsi berlangsung pada pH

4,5 -5,5. Untuk mendapatkan emulsi pada pH tersebut, digunakan *buffer* sodium bikarbonat (Lange, 2011).

Campuran monomer vinil asetat (VAM)-surfaktan dan larutan amonium persulfat (APS)-DMSO dimasukkan melalui dua *syringe* yang terpisah tetes demi tetes. Infus set diatur kecepatannya agar tetesan kedua *syringe* dapat habis secara bersamaan. Kemudian campuran kembali diaduk selama 1 jam dengan kecepatan 750 rpm. Setelah isi *syringe* habis, dimasukkan kembali sisa larutan amonium persulfat (APS) dan monomer vinil asetat secara perlahan. Pengadukan campuran dilanjutkan selama 4 jam. Dilakukan penurunan suhu *waterbath* hingga 30°C.

Dibutil phthalate (DBP) dan anti mikrobial (AM) dimasukkan melalui salah satu leher labu. Penambahan ini dilakukan pada saat suhu sistem sekitar 50°C. Fungsi dari penambahan ini adalah untuk memberikan sifat plastis pada produk serta mencegah dari gangguan pertumbuhan jamur (Chern, 2006). Pengadukan tetap dilanjutkan selama beberapa menit dan sintesis selesai dilakukan. Dimasukkan variasi *montmorillonite* 1%, 2%, dan 3% dan diaduk kembali dengan kecepatan 750 rpm. Produk berupa lateks PVAc dicetak di atas plat kaca dan dibiarkan pada suhu ruangan selama 2 minggu. Produk yang dihasilkan ditunjukkan dalam Gambar 4.2.

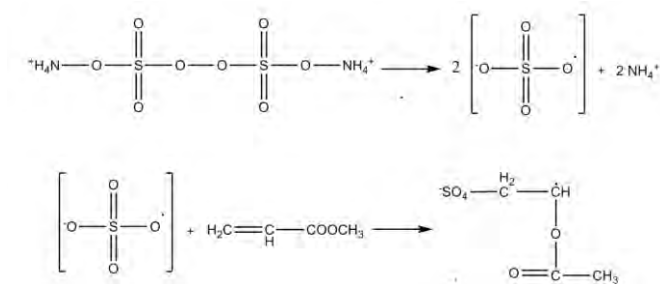
PVAc hasil sintesis memiliki viskositas yang lebih tinggi daripada PVAc *solvent based*. Melalui pengamatan secara fisik, diketahui bahwa PVAc hasil sintesis bersifat sangat kental dan tidak dapat diuji karena dapat menghambat pipa kapiler yang terdapat pada alat uji viskositas.



Gambar 4.2 Produk PVAc (a) *solvent based* dari industri, (b) pelarut DMSO tanpa penambahan MMT, (c) penambahan MMT 1%, (d) penambahan MMT 2%, (e) penambahan MMT 3%

Polimerisasi emulsi polivinil asetat termasuk jenis polimerisasi adisi radikal bebas, adapun tahapan dari polimerisasi ini adalah proses inisiasi, propagasi, dan terminasi. Pada saat proses inisiasi terjadi, inisiator akan membentuk radikal bebas yang bereaksi dengan monomer. Radikal bebas tersebut akan bereaksi kembali (propagasi) dengan monomer lainnya membentuk radikal lebih besar hingga rantai polimer yang panjang. Pada tahap akhir terjadi reaksi antara radikal besar dan radikal lainnya hingga proses polimerisasi berakhir (Yamak, 2013). Mekanisme reaksi yang diusulkan dalam pembuatan polivinil asetat menggunakan inisiator amonium persulfat digambarkan dalam tiap tahap berikut.

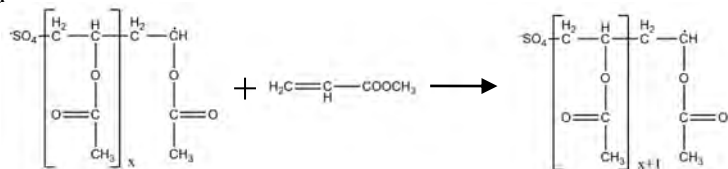
a) Inisiasi Dalam tahap ini terjadi pembentukan radikal bebas. Radikal bebas yang terbentuk akan bereaksi dengan monomer vinil asetat (VAM) untuk selanjutnya masuk ke dalam tahap propagasi. Mekanisme polimerisasi PVAc tahap inisiasi dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Mekanisme polimerisasi PVAc tahap inisiasi
(Lange, 2011).

b) Propagasi

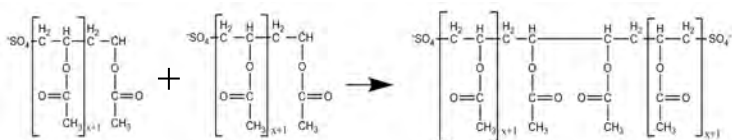
Dalam tahap ini terjadi pembentukan rantai panjang polimer. Monomer vinil asetat (VAM) yang memiliki radikal bebas menyerang monomer lain dan terjadi secara berulang. Mekanisme polimerisasi PVAc tahap propagasi dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Mekanisme polimerisasi PVAc tahap propagasi
(Lange, 2011).

c) Terminasi

Dalam tahap ini radikal bebas yang menyerang monomer saling bertemu satu sama lain. Tahapan ini merupakan tahap akhir dari reaksi polimerisasi radikal bebas. Mekanisme polimerisasi PVAc tahap terminasi dapat dilihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Mekanisme polimerisasi PVAc tahap terminasi
(Lange, 2011).

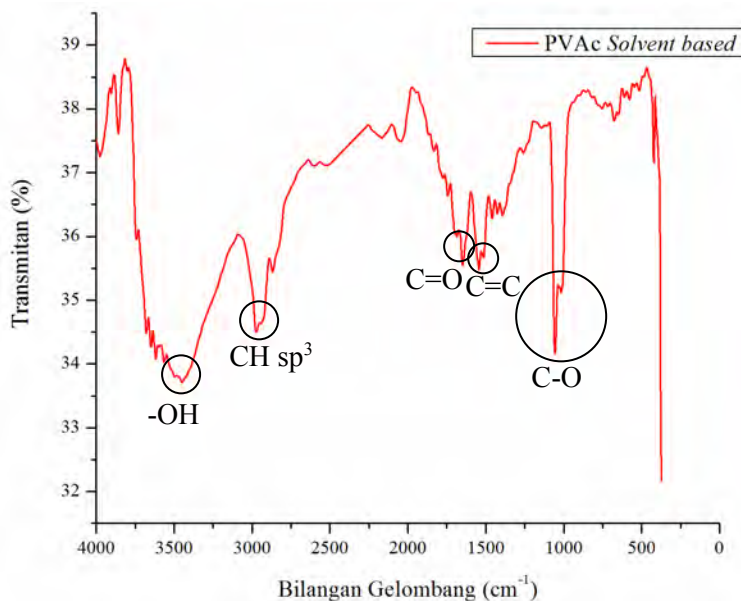
4.2 Karakterisasi

Proses polimerisasi yang digunakan dalam sintesis PVAc adalah polimerisasi emulsi. Proses polimerisasi emulsi memerlukan surfaktan yang berfungsi sebagai penghasil misel untuk tempat nukleasi dan penstabil partikel polimer. Pada akhir reaksi didapatkan produk berupa cairan seperti susu yang disebut lateks (Yamak, 2013). Cairan ini kemudian dikeringkan di atas plat kaca selama kurang lebih 2 minggu untuk selanjutnya dilakukan karakterisasi. Karakterisasi yang dilakukan dengan spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *Thermogravimetric Analysis* (TGA), dan uji mekanik kuat tarik (*Tensile Strength*). Spektroskopi FTIR digunakan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam sampel PVAc. Karakterisasi TGA dilakukan untuk mengetahui dekomposisi senyawa dari sampel saat dipanaskan dengan laju konstan. Uji kuat tarik dilakukan untuk mengetahui sifat mekanik dari sampel PVAc.

4.2.1 *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Karakterisasi dengan spektroskopi FTIR digunakan untuk mendapatkan gambaran dan struktur molekul senyawa polivinil asetat. Spektrum FTIR yang dihasilkan selanjutnya dianalisis untuk menentukan gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam sampel PVAc.

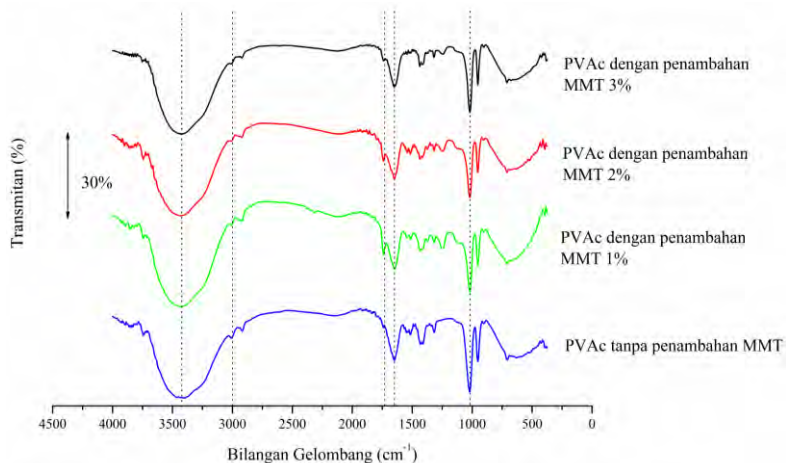
PVAc *solvent based* yang berasal dari PT. Greatchemindo Satria Putramas digunakan sebagai dasar acuan dalam penelitian ini. Hasil karakterisasi sampel PVAc *solvent based* dapat dilihat dari Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Spektra FTIR PVAc *solvent based*

Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan adanya puncak-puncak spektra khas pada bilangan gelombang (cm⁻¹) 3448, 2972, 1745, 1649, dan 1057 yang secara berurutan menunjukkan gugus-gugus fungsi vibrasi ulur -OH, vibrasi ulur CH sp³, vibrasi regang C=O, vibrasi regang C=C, dan vibrasi ulur C-O. Munculnya gugus C=C pada spektra inframerah disebabkan karena adanya sisa monomer vinil asetat (VAM) yang tidak bereaksi. Hasil dari karakterisasi ini memiliki puncak-puncak spektra yang menunjukkan ciri khas dari senyawa PVAc.

Spektra inframerah dari PVAc *solvent based* memiliki intensitas yang lebih kecil dibandingkan dengan spektra inframerah dari PVAc hasil sintesis. Spektra inframerah PVAc *solvent based* memiliki rentang transmitan antara 33-39%. Spektra inframerah PVAc hasil sintesis memiliki rentang transmitan antara 4-33%.



Gambar 4.7 Spektra FTIR dari sampel PVAc hasil sintesis

Gambar 4.7 menunjukkan perbandingan antara spektra inframerah dari PVAc hasil sintesis tanpa penambahan *montmorillonite* dengan PVAc hasil sintesis menggunakan penambahan variasi *montmorillonite* 1%, 2%, dan 3%. Setiap sampel mempunyai nilai bilangan gelombang dan intensitas yang berbeda. Intensitas dari suatu sampel berhubungan dengan besarnya transmitan spektra FTIR. Nilai transmitan suatu sampel menunjukkan kepekatan dari sampel tersebut. Semakin rendah nilai transmitan menunjukkan semakin pekat sampel yang diuji.

PVAc tanpa *montmorillonite* memiliki serapan vibrasi regang C=C pada bilangan gelombang 1649 cm⁻¹ dengan

intensitas yang tinggi. Hal ini ditunjukkan dari tajamnya puncak dengan prosentase mencapai 20%. Sedangkan pada PVAc hasil sintesis dengan penambahan *montmorillonite* 1%, serapan vibrasi regang C=C muncul pada bilangan gelombang 1645 cm⁻¹ dengan intensitas yang lebih rendah. Puncak dengan intensitas tertinggi adalah vibrasi ulur –OH. Besar bilangan gelombang untuk masing-masing sampel dapat dilihat paada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Puncak-puncak penting dari spektra FTIR PVAc

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)				
	<i>Solvent Based</i>	Tanpa MMT	MMT 1%	MMT 2%	MMT 3%
Vibrasi ulur –OH	3448	3433	3425	3427	3429
Vibrasi ulur CH sp ³	2972	3009	3010	3010	3012
Vibrasi regang C=O	1745	1739	1739	1741	1737
Vibrasi regang C=C	1649	1649	1645	1647	1651
Vibrasi ulur C-O	1057	1020	1018	1020	1018

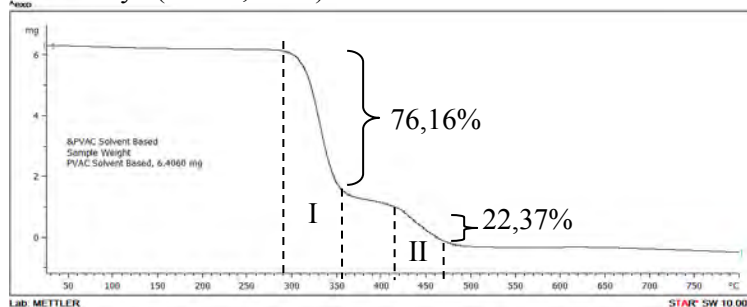
Melalui uji spektroskopi FTIR diketahui bahwa PVAc telah berhasil disintesis melalui metode semibatch menggunakan pelarut DMSO. Sampel PVAc *solvent based* memiliki spektrum yang mirip dengan PVAc hasil sintesis. Penambahan *montmorillonite* sedikit menggeser bilangan gelombang dari beberapa puncak spektra FTIR. Hal ini dapat dilihat dari keberadaan gugus fungsi yang sama dengan bilangan gelombang yang memiliki perbedaan tidak signifikan. Sebagai contoh, vibrasi ulur –OH yang terjadi pada PVAc tanpa penambahan *montmorillonite*, PVAc dengan

penambahan *montmorillonite* 1%, PVAc dengan penambahan *montmorillonite* 2%, dan PVAc dengan penambahan *montmorillonite* 3% secara berturut-turut sebesar 3433, 3425, 3427, dan 3429 cm^{-1} .

4.2.2 Thermogravimetric Analysis (TGA)

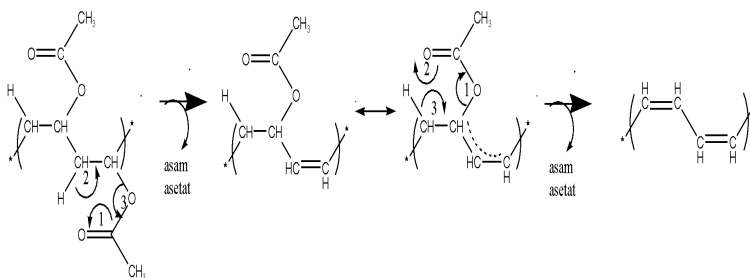
Karakterisasi TGA digunakan untuk mengetahui dekomposisi yang terjadi pada sampel akibat laju pemanasan yang diberikan. Pemanasan mengakibatkan dekomposisi pada sampel yang ditunjukkan dengan hilangnya massa sampel.

Hasil uji TGA untuk sampel polivinil asetat *solvent based* menunjukkan dua dekomposisi, yakni pada rentang suhu antara 280-380°C sebesar 76,16% dan pada rentang suhu antara 400-500°C sebesar 22,37%. Hasil yang ditunjukkan pada Gambar 4.8. menunjukkan kemiripan dengan penelitian sebelumnya (Rimez, 2008).



Gambar 4.8 Kurva TGA PVAc *solvent based*

Dekomposisi PVAc tahap pertama terjadi karena proses deasetilasi dan awal terbentuknya poliena (ditunjukkan dalam Gambar 4.9). Poliena adalah rantai karbon dengan ikatan rangkap dan tunggal yang saling berurutan (Novita, 2010). Dekomposisi PVAc tahap kedua terjadi pengurangan massa disebabkan oleh degradasi poliena yang terbentuk selama diasetilasi dan pembentukan CO_2 (Rimez, 2008).

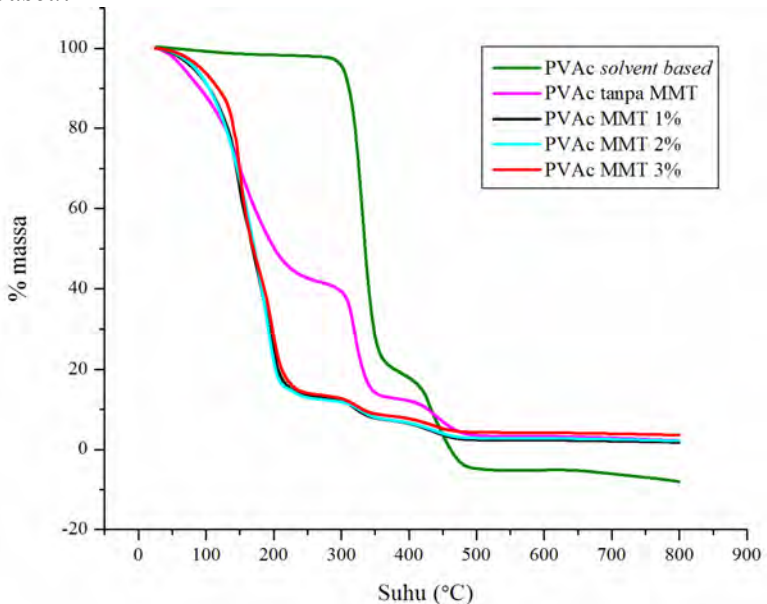


Gambar 4.9 Skema reaksi pelepasan gugus asetil

Sampel PVAc hasil sintesis dengan pelarut DMSO memiliki perbedaan dekomposisi dengan PVAc *solvent based*. PVAc hasil sintesis tanpa penambahan *montmorillonite* memiliki tiga tahap dekomposisi, yaitu pada rentang suhu antara 40-260°C sebesar 57,27%, pada rentang suhu antara 320-360°C sebesar 27,73%, dan pada rentang suhu antara 400-500°C sebesar 8,94%.

Sampel PVAc hasil sintesis dengan penambahan *montmorillonite* 1% memiliki tiga tahap dekomposisi, yaitu pada rentang suhu antara 40-250°C sebesar 86,02%, pada rentang suhu antara 290-360°C sebesar 4,79%, dan pada rentang suhu antara 380-490°C sebesar 4,65%. Sampel PVAc hasil sintesis dengan penambahan *montmorillonite* 2% memiliki empat tahap dekomposisi, yaitu pada rentang suhu antara 40-220°C sebesar 84,67%, pada rentang suhu antara 220-250°C sebesar 1,87%, pada rentang suhu antara 300-360°C sebesar 4,25%, dan pada rentang suhu antara 380-490°C sebesar 4,24%. Sampel PVAc hasil sintesis dengan penambahan *montmorillonite* 3% memiliki tiga tahap dekomposisi, yaitu pada rentang suhu antara 120-170°C sebesar 42,43%, pada rentang suhu antara 170-250°C sebesar 31,98%, dan pada rentang suhu antara 290-360°C sebesar 4,34%. Hasil TGA dari sampel PVAc dapat dilihat pada Gambar 4.10.

Dekomposisi yang diawali pada suhu 40°C disebabkan karena sesuatu yang belum diketahui. Dekomposisi yang diawali pada suhu 100°C diduga terjadi karena molekul air yang menguap. Hal ini didukung dengan fakta bahwa PVAc hasil sintesis yang bersifat lebih lembab (kadar air lebih tinggi) dibandingkan dengan PVAc *solvent based*.



Gambar 4.10 Hasil TGA sampel polivinil asetat

Hasil sintesis PVAc dengan masing-masing variasi penambahan *montmorillonite* memiliki zona suhu dekomposisi yang hampir sama (dapat dilihat dalam Tabel 4.2). PVAc *solvent based* memiliki ketahanan termal yang lebih tinggi dibandingkan semua PVAc hasil sintesis. Penurunan massa pada masing-masing tahapan dekomposisi dapat dilihat pada Tabel 4.3.

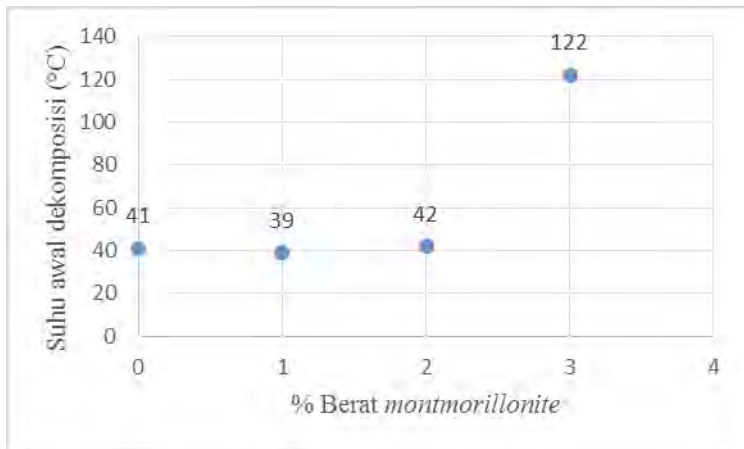
Tabel 4.2 Zona suhu dekomposisi sampel

Sampel		Zona Suhu Dekomposisi (°C)			
		I	II	III	IV
A	<i>Solvent based</i>	-		280-380	400-500
B	Tanpa MMT	40-260		320-360	400-500
C	MMT 1%	40-250		290-360	380-490
D	MMT 2%	40-220	220-250	300-360	380-490
E	MMT 3%	120-170	170-250	290-360	-

Tabel 4.3 Penurunan massa sampel pada zona dekomposisi

Sampel		Penurunan Massa Sampel pada Zona Suhu Dekomposisi (%)			
		I	II	III	IV
A	<i>Solvent based</i>	-		76,16	22,37
B	Tanpa MMT	57,27		27,73	8,94
C	MMT 1%	86,02		4,79	4,65
D	MMT 2%	84,67	1,87	4,25	4,24
E	MMT 3%	42,34	31,98	4,34	-

Melalui uji TGA diketahui bahwa PVAc mempunyai dua daerah dekomposisi, yaitu pada suhu 280-380°C dan 400-500°C. PVAc hasil sintesis memiliki daerah dekomposisi yang mirip dengan PVAc *solvent based*, namun ketahanan termal PVAc *solvent based* masih lebih baik dibandingkan PVAc hasil sintesis. Penambahan *montmorillonite* hanya meningkatkan ketahanan termal hingga suhu 120°C, seperti ditunjukkan pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Suhu awal dekomposisi masing-masing sampel PVAc

Montmorillonite adalah salah satu *filler* yang banyak digunakan dalam modifikasi suatu polimer. *Montmorillonite* merupakan material yang banyak mengandung silika (Sapalidis, 2011). Penambahan silika membuat mekanisme degradasi termal semakin kompleks. PVAc dengan modifikasi silika lebih sulit terurai dibandingkan PVAc murni (Peng dan Kong, 2007). Material yang sulit terurai akan memiliki suhu dekomposisi yang lebih tinggi dibandingkan material yang mudah terurai. Terdapat empat parameter utama yang mempengaruhi sifat suatu polimer termodifikasi, yaitu :

- a. Rasio *filler*
- b. Dispersi *filler*
- c. Kesesuaian *filler* dan orientasinya
- d. Interaksi antar muka dari polimer-polimer dan polimer-*filler*

(Sapalidis, 2011).

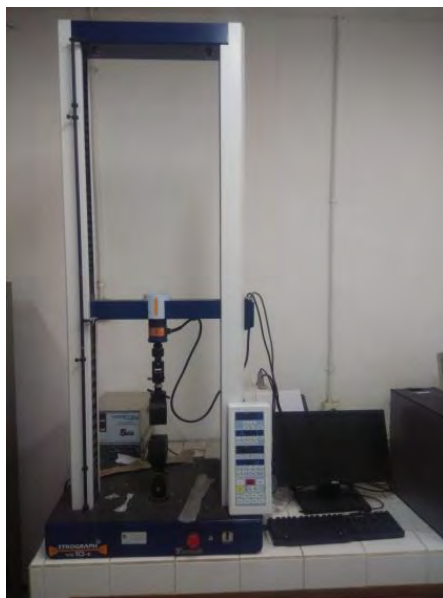
Montmorillonite yang ditambahkan akan terdispersi ke dalam matriks PVAc. Proses dispersi ini sulit terjadi tanpa adanya preparasi terhadap *montmorillonite* yang akan ditambahkan. Penambahan *montmorillonite* dalam jumlah berlebih juga mengakibatkan sulitnya terjadi dispersi secara sempurna. Saat *montmorillonite* dapat terdispersi dengan baik dalam matriks, maka kualitas dari PVAc dapat meningkat (Zanetti dkk, 2001).

4.2.3 Uji Kuat Tarik (*Tensile Strength*)

Sebelum dilakukan uji kuat tarik, PVAc terlebih dahulu dikeringkan selama 2 minggu. Lembaran PVAc kemudian dicetak seperti Gambar 4.12. Kemudian dilakukan uji tarik menggunakan alat *tensile strength* tipe Sterograph Tensile Machine V-10E seperti pada Gambar 4.13.



Gambar 4.12 Sampel uji kuat tarik yang sudah dicetak

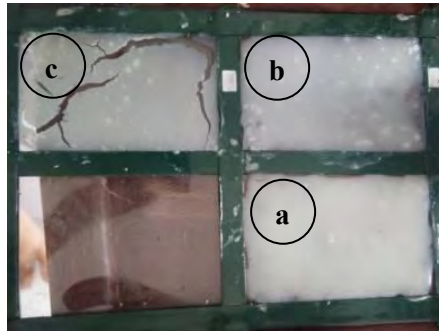


Gambar 4.13 Rangkaian alat *tensile strength*

Polivinil asetat hasil sintesis membutuhkan waktu yang lebih lama untuk dapat mengering secara sempurna dibandingkan polivinil asetat *solvent based*. Polivinil asetat hasil sintesis membutuhkan waktu untuk mengering selama lebih dari dua minggu, PVAc *solvent based* hanya membutuhkan waktu satu minggu agar dapat mengering sempurna. Hal ini karena adanya molekul air yang terjebak di dalam struktur polimer sehingga sulit keluar secara alami. Penambahan *montmorillonite* sebagai *filler* juga mengakibatkan molekul air sulit menembus struktur polimer yang terbentuk.

Proses pengeringan yang dilakukan pada PVAc harus dilakukan pada suhu yang stabil. Pengeringan dengan suhu fluktuatif dapat merusak lembaran PVAc, hal ini ditunjukkan pada Gambar 4.14. PVAc yang dikeringkan di bawah sinar

matahari akan menghasilkan retakan-retakan pada lembaran PVAc. Retakan ini diduga muncul akibat persebaran panas yang tidak merata saat proses pengeringan.



Gambar 4.14 Retakan pada lembaran PVAc dengan penambahan *montmorillonite* (a) 1% , (b) 2% , dan (c) 3%

Sampel lembaran PVAc dengan penambahan *montmorillonite* yang telah dicetak dalam keadaan setengah kering menunjukkan pengamatan yang khas. Sampel tersebut mengalami pengerutan secara proporsional pada seluruh sisi. Pengerutan yang terjadi berkisar antara 20-30% dari ukuran sampel sebenarnya. Besaran ini diukur dari panjang dan lebar cetakan sampel. Sampel dapat mempertahankan bentuknya, seperti pada Gambar 4.15.



Gambar 4.15 Sampel PVAc dengan penambahan *montmorillonite* yang mengerut

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Polimerisasi emulsi polivinil asetat dari polivinil alkohol dan monomer vinil asetat menggunakan pelarut dimetil sulfoksida telah berhasil dilakukan. Sintesis polivinil alkohol dilakukan dengan variasi penambahan *montmorillonite* 1%, 2%, dan 3%. Polivinil asetat hasil sintesis selanjutnya dibandingkan dengan sampel polivinil asetat *solvent based*.

Melalui uji spektroskopi FTIR diketahui bahwa sampel PVAc *solvent based* memiliki spektrum yang mirip dengan PVAc hasil sintesis. Penambahan *montmorillonite* sedikit menggeser bilangan gelombang dan intensitas dari beberapa puncak spektra FTIR. Melalui uji TGA diketahui bahwa PVAc mempunyai dua daerah dekomposisi, yaitu pada suhu 280-380°C dan 400-500°C. PVAc hasil sintesis memiliki daerah dekomposisi yang mirip dengan PVAc *solvent based*, namun ketahanan termal PVAc *solvent based* masih lebih baik dibandingkan PVAc hasil sintesis. Penambahan *montmorillonite* pada sintesis PVAc hanya dapat meningkatkan ketahanan termal hingga suhu 120°C.

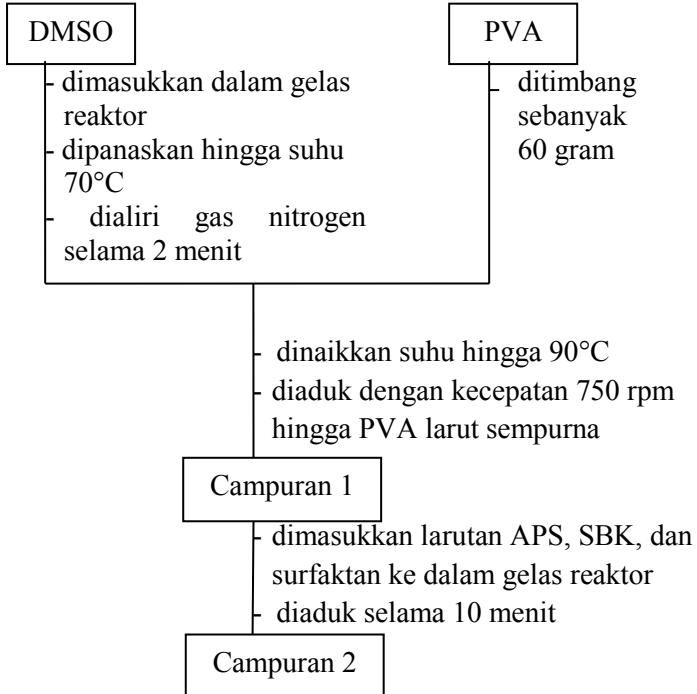
5.2. Saran

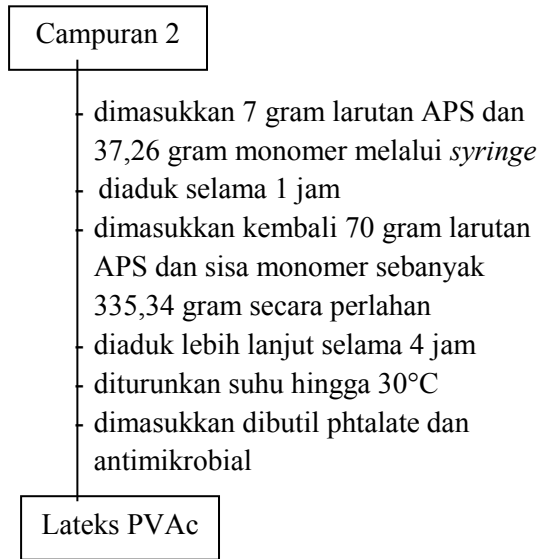
Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai bahan aditif yang dapat meningkatkan kualitas produk polivinil asetat. Penambahan dispersan, seperti Poli asam akrilik dapat meningkatkan persebaran matriks *montmorillonite*. Preparasi *montmorillonite* yang akan digunakan sebagai *filler* juga perlu dilakukan.

“Halaman sengaja dikosongkan”

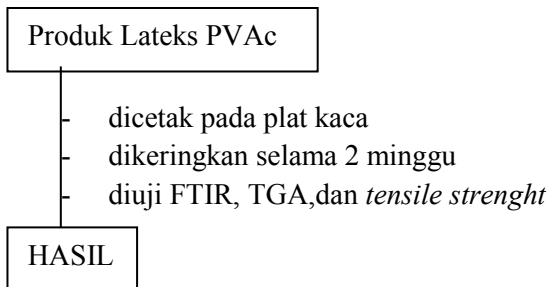
LAMPIRAN A SKEMA KERJA

a. Sintesis Polivinil Asetat Menggunakan Pelarut Dimetil Sulfoksida





b. Karakterisasi Produk Lateks PVAc



LAMPIRAN B

KOMPOSISI BAHAN UNTUK SINTESIS PVAc PELARUT DIMETIL SULFOKSIDA

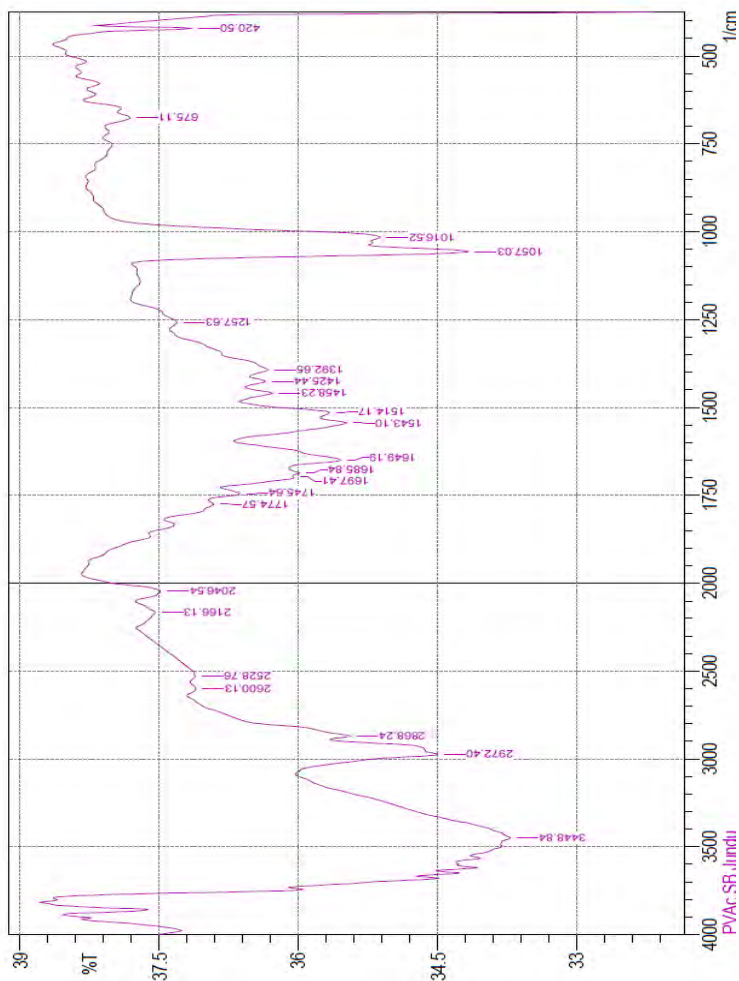
Pada penelitian ini digunakan pelarut dimetil sulfoksida dan komposisi bahan lain sebagai berikut

Tempat	Bahan	Sampel			
		Tanpa MMT	MMT 1%	MMT 2%	MMT 3%
Reaktor	DMSO (g)	462	462	462	462
	PVA (g)	60	60	60	60
	SBK (g)	2	2	2	2
	DMSO (g)	5,5	5,5	5,5	5,5
	APS (g)	1,5	1,5	1,5	1,5
	DMSO (g)	5,5	5,5	5,5	5,5
	Surfaktan (g)	1	1	1	1
	DBP (g)	10,4	10,4	10,4	10,4
	AM (g)	1	1	1	1
	MMT (g)	-	10	20	30
Syringe	VAM (g)	371,6	371,6	371,6	371,6
	Surfaktan (g)	1	1	1	1
	APS (g)	1,5	1,5	1,5	1,5
	DMSO (g)	77	77	77	77

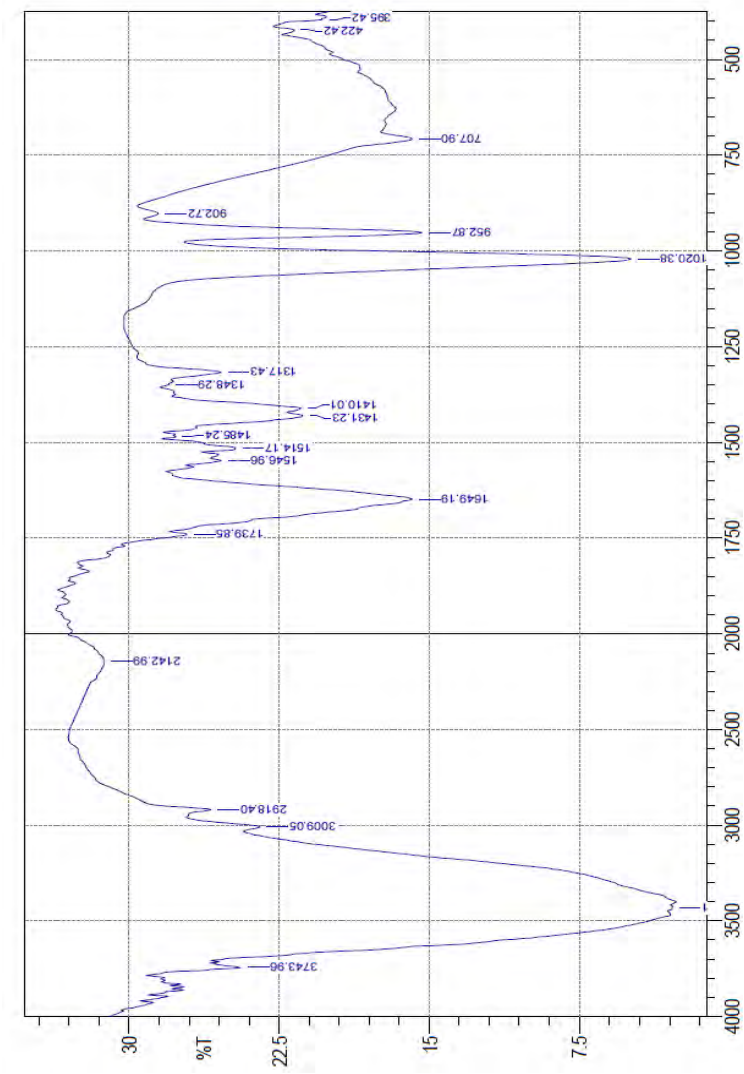
LAMPIRAN C

DATA SPEKTRA HASIL FTIR SAMPEL PVAc

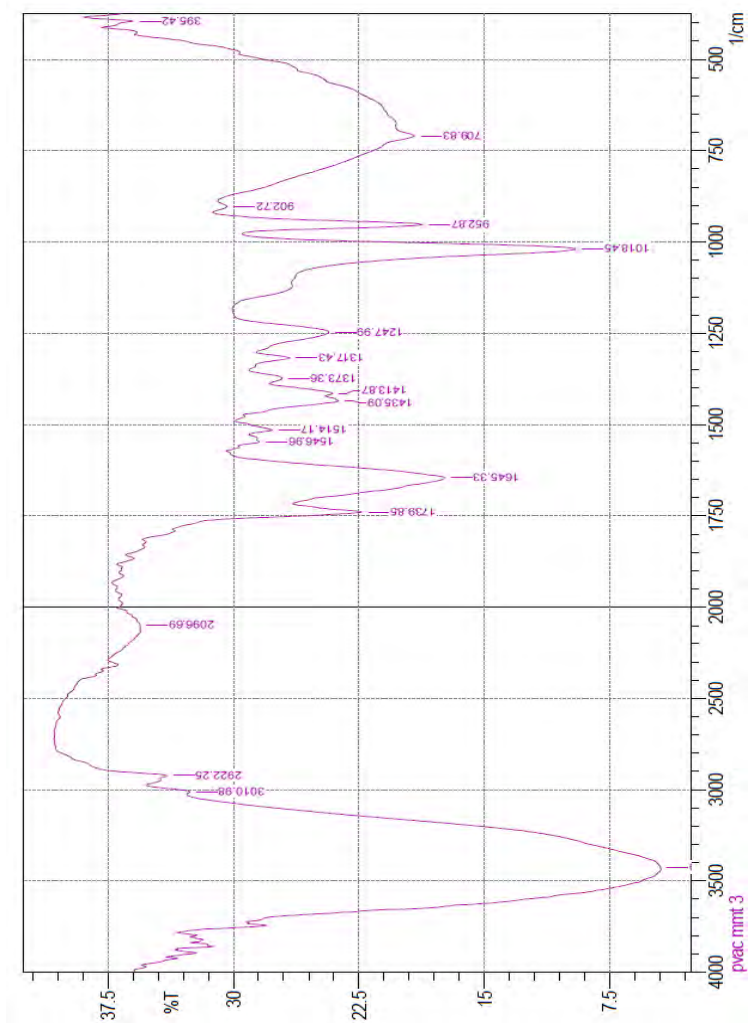
a) PVAc solvent based



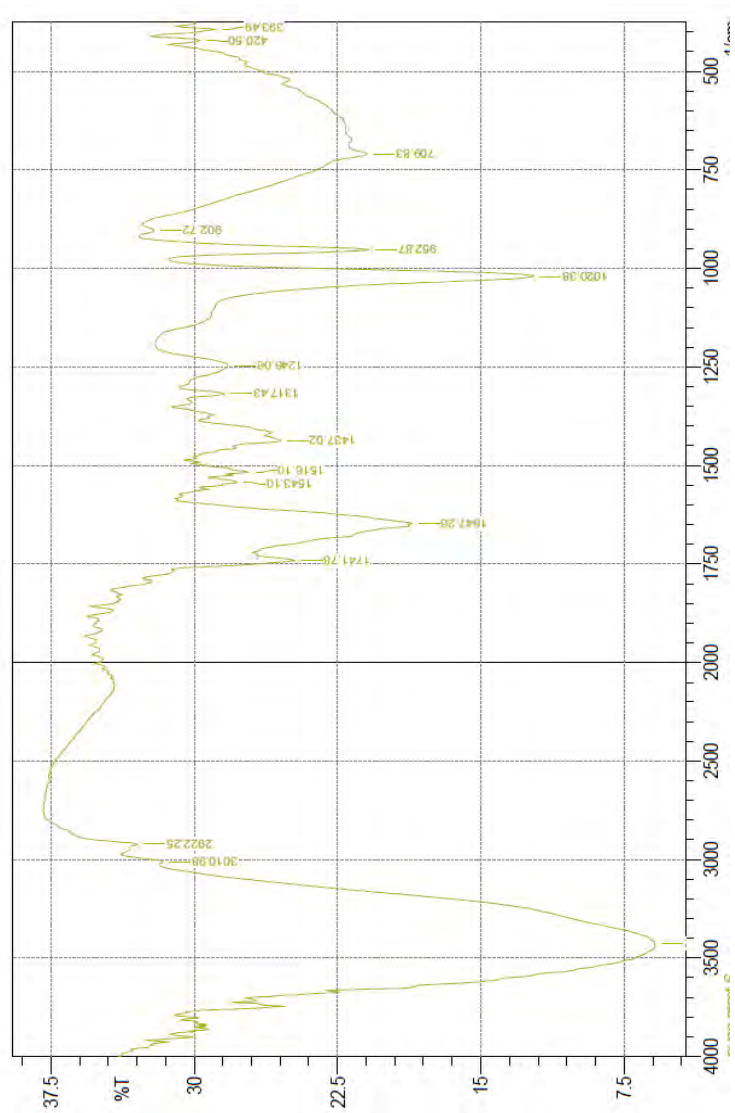
b) PVAc pelarut DMSO, tanpa MMT



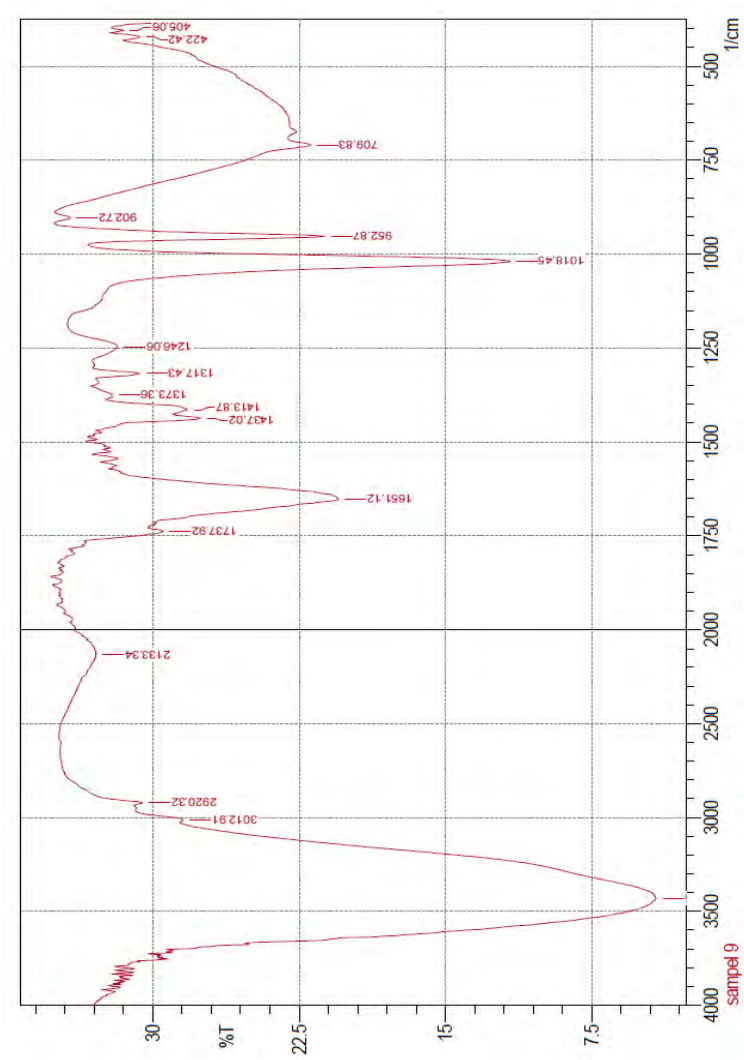
c) PVAc pelarut DMSO, penambahan MMT 1%



d) PVAc pelarut DMSO, penambahan MMT 2%



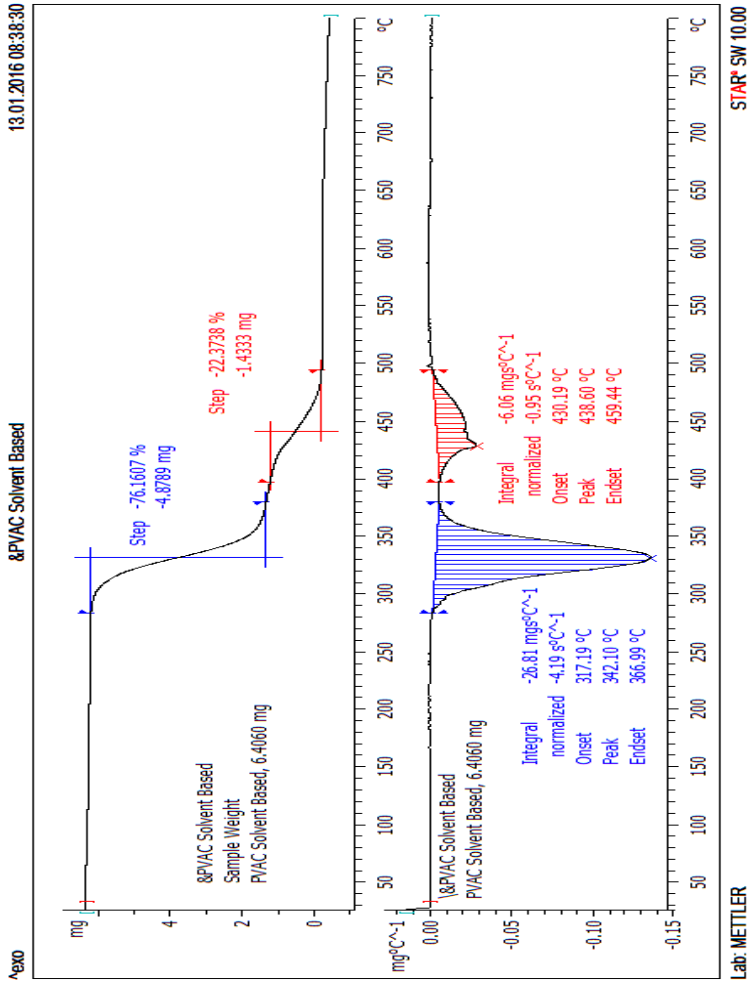
e) PVAc pelarut DMSO, penambahan MMT 3%



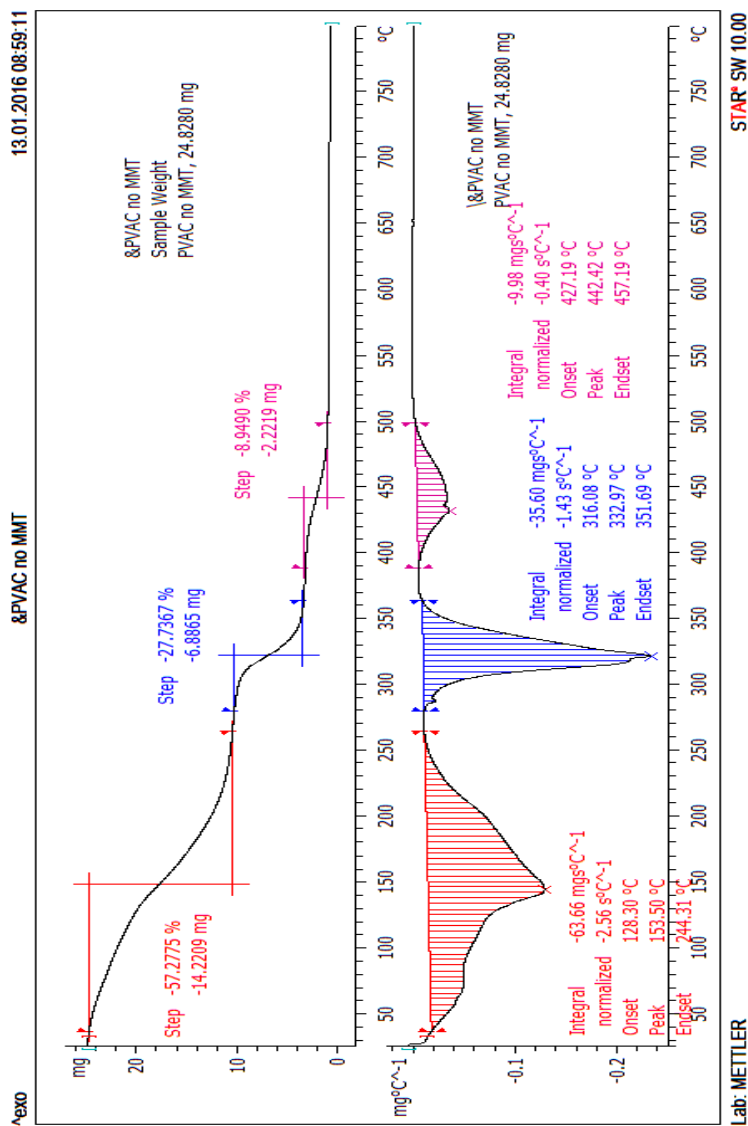
LAMPIRAN D

DATA HASIL TGA SAMPEL PVAc

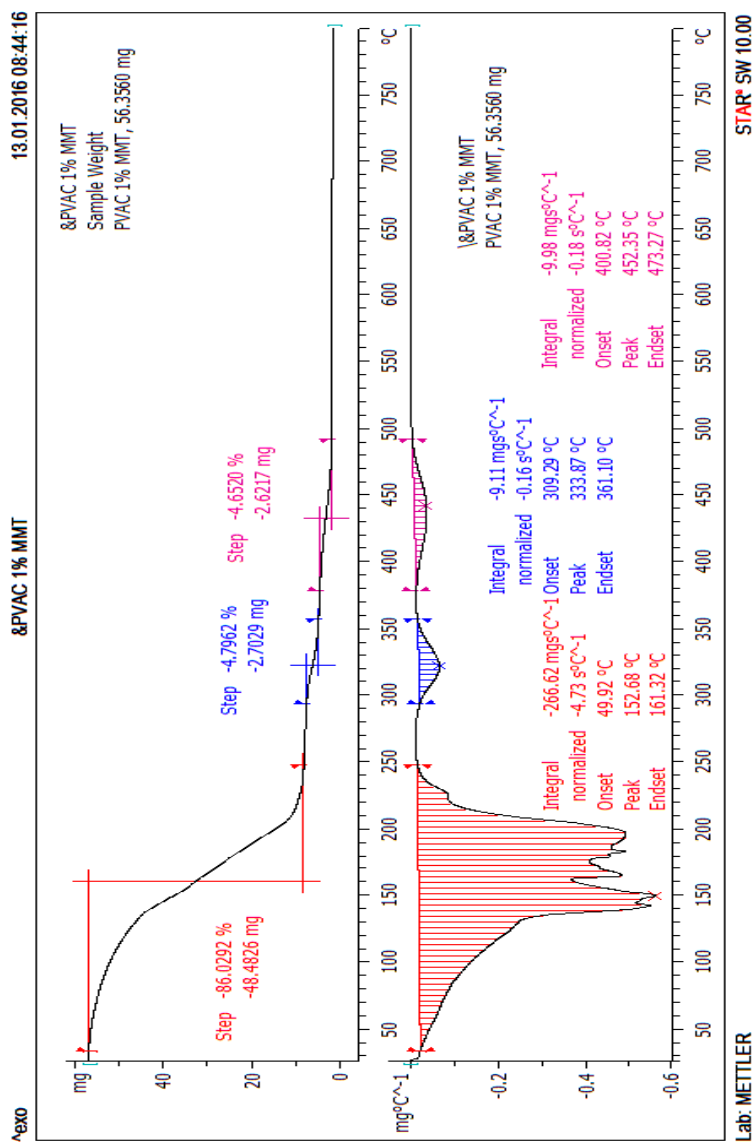
a) PVAc solvent based



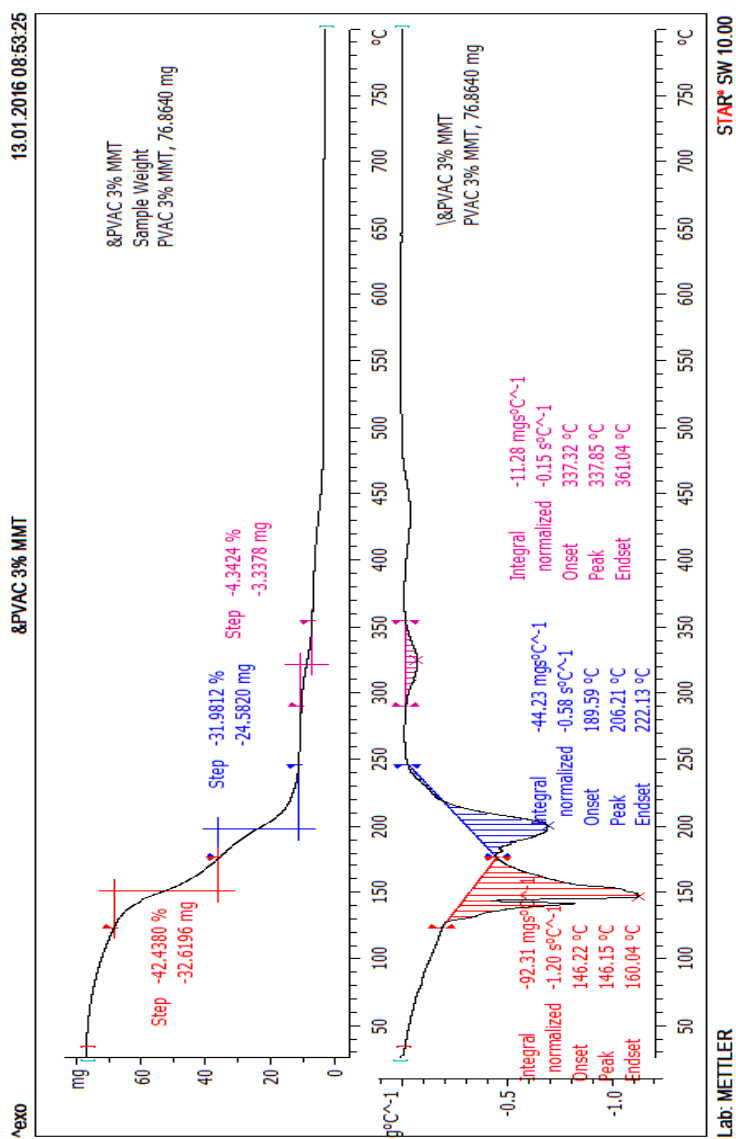
b) PVAc pelarut DMSO, tanpa MMT



c) PVAc pelarut DMSO, penambahan MMT 1%



e) PVAc pelarut DMSO, penambahan MMT 3%



“Halaman sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Amalya, Ria. 2014. *Sintesis Polivinil Asetat Berbasis Metanol Sebagai Perekat Badan Mobil Listrik*. Polymer.
- Billmeyer, W.F. 1984. *Textbook of Polymer Science*. New York: John Wiley & Sons.
- Boyer, H.E. 1987. *Atlas of Stress-Strain Curves*. Michigan: ASM International.
- Buchholz, F.L. 1992. In *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*; Hawkins, S., Schulz, G., Eds.; VCH: Weinheim, 1992; Vol. A21, p 143.
- Cahyadi, W. 2008. *Analisis dan Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan*. Jakarta: Bumi Aksara.
- Chern, C.S. 2006. *Emulsion Polymerization Mechanisms and Kinetics*. Progress in Polymer Science 31, 443-486.
- Davis, R.J. 2004. *Tensile Testing 2nd Edition*. United States of America: ASM International.
- Ebewele, R.O. 2000. *Polymer Science and Technology*. Department of Chemical Engineering University of Benin. New York: CRC Press.
- Erbil, Y.H. 2000. *Vinyl Acetate Emulsion Polymerization and Copolymerization with Acrylic Monomers*, CRC Press.
- Feldman D. dan Barbalata A. 1996. *Synthetic Polymers (Technology, Properties, Application)*. London: Chapman & Hall.
- Flavin, C. dan Lenssen, N. 1995. *Gelombang Revolusi Energi*. Jakarta: Yayasan Obor Indonesia.

- Fuoss, R.M. 1951. *The Physical Chemistry of Polymers Chap. XII in G.A. Baitzell, ed., Science in Progress, Seventh Series*. New Haven, Conn: Yale University Press.
- Gabbot, P. 2008. *Principles and Application of Thermal Analysis*. Iowa: Blackwell Publishing.
- Gaylord Chemical Company, L. L. C. 2007. *Dimethyl Sulfoxide (DMSO): Health and Safety Information*. Gaylord Chemical Company, L. L. C. Bulletin 106:1--16.
- Ghosh, P. 2002. *Polymer Science and Technology: Plastics, Rubbers, Blends and Composites*. New Delhi: Tata McGraw-Hill Publishing Company.
- Gowariker, V.R.N.V. 2001. *Polymer Science*. Bangalore: New Age International (P) Limited Publishers.
- Harahap, H. dan Manurung, R. 2005. *Perbandingan Beberapa Metode Praktis Polimerisasi*. Thesis, Universitas Sumatera Utara.
- Harper, C.A. 1996. *Handbook of Plastics Elastomers and Composites, Third Edition*. New York: McGrawHill Professional Book Group.
- Helmiyati, Budianto, E., dan Arinda, N. 2009. *Polimerisasi Emulsi Etil Akrilat: Pengaruh Konsentrasi Surfaktan, Inisiator dan Teknik Polimerisasi Terhadap Distribusi Ukuran Partikel*. 13, 59-64.
- Jatmika, A. 1998. *Aplikasi Enzim Lipase dalam Pengolahan Minyak Sawit dan Minyak Inti Sawit untuk Produk Pangan*, *Warta Pusat Penelitian Kelapa Sawit*, 6 (1): 31-37.

- Kaboorani, A. dan Riedl, B. 2011. *Effects of Adding Nanoclay on Performance of Polyvinyl Acetate (PVA) as a Wood Adhesive*. Composites: Part A 4, 1031-1039.
- Kaddaji, V.G. dan Betageri, G.V. 2011. *Water Soluble Polymers for Pharmaceutical Applications*. Polymer Vol.3 , 1972-2009.
- Kim, H.J. dan Kim, S. 2005. *Effect of Addition of Polyvinyl Acetate to Melamine-Formaldehyde Resin on The Adhesion and Formaldehyde Emission in Engineered Flooring*. International Journal of Adhesion & Adhesives, 456-461.
- Krick-Othmer. 1982. *Encyclopedia of Chemical Technology*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Kroschwitz, J.I. 1998. *Polymer Characterization and Analysis*. Kanada: John Wiley & Sons, Inc.
- Laird, D.A. 1996. *Model for Crystalline Swelling of 2:1 Phyllosilicates, Clays and Clay Minerals*, 44, 553-559.
- Lange, H. 2011. *Emulsion Polymerization of Vinyl Acetate with Renewable Raw Materials*. Necka: Degree Project in Coating Technology.
- Misra, G.S. 1993. *Inductory Polymer Chemistry*. New Delhi: New Age International Publisher.
- Mitchell, B.S. 2004. *An Introduction to Materials Engineering and Science for Chemical and Materials Engineering*. New Jersey: John Wiley & Sons.
- Myers, D. 2006. *Surfactant Science And Technology*. 3rd Edition. New Jersey : Jhon Wiley and Son, Inc.

- Nieuwenhuysen, A.E.V. 2006. *Thermal Insulation Materials Made of Rigid Polyurethane Foam (PUR/PIR) Properties – Manufacture, Federation of European Rigid Polyurethane Foam Associations*, Belgium: Bing-Europe Press.
- Novita, M. 2010. *Karakterisasi Dinamika Tingkat Tenaga Eksitasi $2A_g^-$ pada Karotenoid Spheroidene Menggunakan Spektroskopi Ultra Cepat Pisah Waktu*. 13. C65-C68.
- Odian, G. 1970. *Principles of Polymerization*. New York: McGraw-Hill.
- Oktavia, E. 2006. *Studi Pendahuluan Emulsi Opal (Colorant Emulsion) Polistirena-Ko-Polibutil Akrilat*. Depok : Departemen Kimia FMIPA UI.
- Oxtoby, 2002. *Prinsip-Prinsip Kimia Modern 1. 4th ed.* Jakarta: Erlangga.
- Peng, Zheng dan Ling Xue Kong. 2007. *A Thermal Degradation Mechanism of Polyvinyl Alcohol/Silica Nanocomposites*. Polymer Degradation and Stability 92 1061e1071.
- Provityana, I Dewa G.G. 2015. *Pengaruh Komposisi Air pada Polimerisasi Emulsi Polivinil Asetat Menggunakan Surfaktan FES 27 IS*. Polymer
- Putra, I Ketut S. 2015. *Polimerisasi Emulsi Polivinil Alkohol dengan Monomer Vinil Asetat dalam Campuran Pelarut Etil Asetat-Air Menggunakan Surfaktan Disponil AFX 3070*. Polymer

- Qian, X. dan Liu D. 2013. *Free Energy Landscape For Glucose Condensation And Dehydration Reactions In Dimethyl Sulfoxide And The Effects Of Solvent*. Department of Chemical Engineering, University of Arkansas, Fayetteville, AR 72701, United States.
- Qiao, L., Allan J. Easteal, Clive J. Bolt, Philip K. Coveny, dan Robert A. Franich. 2006. *The Effects of Filler Materials on Poly(vinyl acetate) emulsion wood adhesives*. New Zealand : MCB University Press.
- Ralp, J. Fessenden. 1982. *Kimia Organik. Edisi Ke Empat, Jilid II*. Jakarta: Erlangga.
- Ravve, A. 2012. *Principles of Polymer Chemistry 3rd Edition*. New York: Springer.
- Reimer, Ludwig. 1984. *Transmission Electron Microscopy*. New York : Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- Rimez, H.G. 2008. *The Thermal Degradation of Poly(Vinyl acetate) and Poly(ethylene-co-vinyl acetate). Part I: Experimental Study of the Degradation Mechanisms*. Polymer Degradation and Stability 93. 800-810.
- Rolando, T.E. 1998. *Solvent-Free Adhesives*. Bilingham: Rapra Technology.
- Salager, J. 2002. *Surfactants Types and Uses, version 2, FIRP Booklet E300-A: Teaching Aid in Surfactant Science & Engineering in English*. Merida-Venezuela: Universidad De Los Andes.

- Sapalidis, A. Andreas, Fotios K. Katsaros, dan Nick K. Kanelopoulos. 2011. *PVA/Montmorillonite Nanocomposites: Development and Properties, Nanocomposites and Polymers with Analytical Methods*. Rijeka : Slavka University Campus.
- Sastrohamidjojo, H. 1992. *Spektroskopi Inframerah. Cetakan Pertama*. Yogyakarta: Liberti.
- Sastrohamidjojo, H. 2005. *Kimia Organik*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Shaffie, K. A., Moustafa A.B., Saleh N.H., dan Nasr H.E. 2010. *Effect of Polyvinyl Alcohol of Different Molecular Weights as Protective Colloids on the Kinetics of the Emulsion Polymerization of Vinyl Acetate*. Journal of American Science, 6(10):1202-1212.
- Shechter, G. 1997. *Analysis Of The Orientational Effects On Infrared Absorption Spectra In P-Type Semiconductor Quantum Wells*. Superlattices and Microstructures Volume 19, Issue 4, ,383–392.
- Stuart, H.B. 2002. *Polymer Analysis*. London: John Wiley & Sons.
- Sum, A. K. dan Pablo, J.J. 2003. *Molecular Simulation Study on The Influence of Dimethylsulfoxide on The Structure of Phospholipid Bilayers*. Biophysical Journal 85: 3636—3645.
- Tadros, T.F. 2005. *Applied Surfactants Principles and Applications*. Weinheim: Wiley-VCH.
- Todor, D.N. 1976. *Thermal Analysis of Minerals*. Kent, England: Abacus Press.

- Tominaga, Y., T. Shimomura, dan M. Nakamura. 2010. *Alternating Copolymers of Carbon Dioxide with Glycidyl Ethers for Novel Ion-Conductive Polymer Electrolytes*. Tokyo : Department of Organic and Polymer Materials Chemistry.
- Treloar, R.G. 1970. *Introduction to Polymer Science*. New York: Springer-Verlag.
- Valencia, L., Alonso, E., Marzano, A., Perez, J., Contreas, M., dan Signoret C. 2007. *Improving The Compressive Strengths of Cold-Mix Asphalt Emulsion Modified by Polyvinyl Acetate*. Construction and Building Materials, 583-589.
- Weissermel, K. A. 1997. *Industrial Organic Chemistry*. New York: VCH Publisher.
- Yamak, H.B. 2013. *Emulsion Polymerization: Effects of Polymerization Variables on The Properties of Vinyl Acetate Based Emulsion Polymer*. Istanbul: Department of Chemistry.
- Young, R.J. dan Lovell, P.A. 2011. *Introduction to Polymers, 3rd Edition*. Boca Raton: CRC Press.
- Zanetti M, Camino G, Toman R, dan Mulhaupt R. 2001. *Synthesis and Thermal Behavior of Layered Silicate-EVA Nanocomposites*. Polymer;42(6):4501–7.

“Halaman sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Penulis memiliki nama lengkap Muchammad Izzuddin Jundullah Hanafi, dilahirkan di Surabaya pada tanggal 19 Oktober 1994, merupakan putra kedua dari dua bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Aisyiyah

Bustanul Athfal Surabaya (1998), SD Negeri Barata Jaya Surabaya (2000), SMP Negeri 19 Surabaya (2006), dan SMA Negeri 16 Surabaya (2009). Pada tahun 2012, penulis diterima di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya dengan NRP 1412100050. Penulis mengambil bidang minat kimia material dan energi dalam riset polimer di bawah bimbingan Bapak Lukman Atmaja, Ph.D. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif di Unit Kegiatan Mahasiswa Bridge tahun 2012 dan terdaftar sebagai staf divisi minat bakat Himpunan Mahasiswa Kimia ITS periode 2013-2014. Penulis mendapat amanah menjadi Ketua Himpunan Mahasiswa Kimia ITS periode 2014-2015. Penulis mempunyai motto hidup *“keep your feet on the ground, when your head in the cloud”*. Penulis dapat dihubungi melalui surat elektronik junduhanafi@gmail.com